



**MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À
CHICOUTIMI POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME DE
MAÎTRISE EN INGÉNIERIE**

PAR

ZHIXING CHEN

**L'IDENTIFICATION DE LA CALORIMETRIE À
BALAYAGE DIFFERENTIEL (DSC) DES CONDITIONS DE
TRAITEMENT THERMIQUE DES ALLIAGES
D'ALUMINIUM**

QUÉBEC, CANADA

RÉSUMÉ

Les alliages d'aluminium moulés et forgés sont largement utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique. Pour répondre aux différentes exigences pour les différentes applications pratiques, divers processus de traitement thermique sont couramment effectués sur les matériaux, tels que le traitement thermique en solution (SHT), le traitement naturel de vieillissement (T4), le vieillissement artificiel (T5), le vieillissement de pic (T6) et le vieillissement excessif (T7) après SHT.

Afin de diagnostiquer rapidement le problème de production des pièces liées au traitement thermique, la méthode de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est utilisée comme outil dans la présente œuvre pour identifier les diverses trempes de multiples alliages d'aluminium industriel populaire, à savoir la plaque AlSi10Mg0.3Mn obtenue par le moulage sous vide à haute pression (HPVDC), la barre Al-Si-Cu 319 obtenue par la coulée de moulage permanent (PM), et la feuille extrudée Al-Si-Mg 6082, qui peut être utile en établissant une base de données d'empreintes digitales pour les trempes et les alliages selon la capacité de traçabilité de l'histoire thermique effectuée par DSC. Les résultats obtenus peuvent être divisés en ces deux parties.

Dans la première partie, la caractérisation sur les courbes DSC après des trempes différents dans trois alliages, a été effectuée. Les résultats ont montré que divers pics

sont apparus sur les courbes DSC, qui ont été caractérisées pour identifier les processus de précipitation ou de dissolution de différentes phases métastables. Le nombre de pics ainsi que la forme des pics varient aussi bien avec les trempes, qui sont résultant de leurs différents comportements de précipitation ou de dissolution. Les trempes F (tel que fabriqué) et SHT peuvent être directement séparées des trempes vieillissantes en raison de la différence sur le nombre de pics, qui sont généralement plus nombreux que ces derniers homologues. Avec les gammes de revenus similaires à la température des pics DSC, la hauteur du pic peut être utilisée pour déterminer les différentes limites zone de pic. Avec des phases métastables ayant des précurseurs plus élevés à l'intérieur de l'alliage sous une certaine trempe, le pic DSC correspondant peut être plus élevé de sorte qu'il soit un point essentiel pour différencier les trempes similaires, en particulier parmi les trempes vieillissantes. Pendant ce temps, les microstructures, la conductivité électrique et la micro dureté sous diverses trempes sont également étudiés et leurs résultats peuvent bien soutenir l'évolution des courbes DSC au cours des multiples trempes de différents alliages. Et ces résultats compensent également les limites de la technique de DSC pour identifier les conditions semblables parmi quelques trempes vieillissantes.

Pour ce qui est de la deuxième partie, la cinétique de précipitation de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn à diverses trempes sont étudiées. Certains pics sur la courbe DSC sont utilisés pour calculer des paramètres cinétiques de précipitation, à savoir

l'énergie d'activation. Les résultats montrent que l'énergie d'activation du processus de transformation varie significativement parmi différentes trempes; avec la trempe F étant le plus faible parmi les trempes F et SHT et la trempe T5 étant le plus élevé parmi les trempes vieillissantes. Ces résultats peuvent être utilisés pour expliquer l'évolution de transformation de phase pendant le processus de chauffage DSC. En comparant les résultats d'énergie d'activation, les variations de la cinétique de précipitation de certaines trempes peuvent être affectées par les précipités de précurseur correspondants. Les microstructures sont également étudiées par microscopie électronique en transmission (MET), de sorte que la caractérisation de la cinétique de précipitation à la microstructure soit établie. Par conséquent, différentes conditions traitées thermiquement des alliages industriels étudiés, ont été identifiées pour l'établissement de l'empreinte digitale DSC dans cette présente œuvre.

ABSTRACT

Cast and wrought aluminum alloys are widely used in automobile and aviation industries. To meet the different requirements for the various practical applications, various heat treatment processes are commonly performed on the materials, such as solution heat treatment (SHT), natural aging treatment (T4), artificial aging (T5), peak aging (T6) and over aging (T7) after SHT.

In order to rapidly diagnose the production problem of parts related to heat treatment, the differential scanning calorimetry (DSC) method is used as a tool in present work to identify the various tempers of several popular industrial aluminum alloys, namely AlSi10Mg0.3Mn plate by high pressure vacuum die casting (HPVDC), Al-Si-Cu 319 bar by permanent-mold (PM) casting, and Al-Si-Mg 6082 extruded sheet, which can be useful by establishing a fingerprint database for tempers and alloys according to the thermal history trace ability by DSC. The results obtained can be divided into the following two parts.

In the first part, the characterization on DSC curves after different tempers in three alloys has been performed. Results show that various peaks appeared on DSC curves, which have been characterized to identify the precipitation or dissolution processes of different metastable phases. Both the peak number and the peak shape varies with tempers, which are resulted from their different precipitation or

dissolution behaviors. F (as-fabricated) and SHT tempers can be directly separated from aging tempers due to the difference on peak number, which are usually more than the latter counterparts. With the similar temperature ranges of the DSC peaks, the peak height can be used to determine the different peak area. With higher precursor metastable phases inside the alloy under the certain temper, the corresponding DSC peak can be higher so that it is an essential point to differ similar tempers, especially among aging tempers. Meanwhile, microstructures, electric conductivity and microhardness under various tempers are also investigated and their results can well support the evolution of DSC curves during the various tempers of different alloys. And those results also compensate the limitations of the DSC technique to identify the similar conditions among some aging tempers.

For the second part, precipitation kinetics of AlSi10Mg0.3Mn alloy with various tempers are studied. Certain peaks on DSC curves are used to calculate the precipitation kinetic parameters, i.e., the activation energy. Results show that the activation energy of the transformation process significantly varies among different tempers, with the F temper being the lowest among F and SHT tempers, and T5 temper being the highest among aging tempers. These results can be used to explain the evolution of phase transformation during the DSC heating process. Comparing the activation energy results, the variations of the precipitation kinetics in certain tempers can be affected by the corresponding precursor precipitates. Microstructures

are also investigated by transmission electron microscopy (TEM), so that the characterization from precipitation kinetics to microstructure are established. Therefore, different heat-treated conditions of studied industrial alloys have been identified with establishing the DSC fingerprint in the present work.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	I
ABSTRACT	IV
TABLE DES MATIÈRES	VII
LISTE DES FIGURES	X
LISTE DES TABLEAUX.....	XV
LISTE DES SYMBOLES	XVI
REMERCIEMENTS	XVIII
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Contexte.....	1
1.2 Objectifs	4
Références	6
CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE.....	7
2.1 Eléments D'alliage	7
2.1.1 Silicium.....	7
2.1.2 Magnésium	9
2.1.3 Cuivre	11
2.2 Comportements De Précipitation	13
2.2.1 Phase β	13
2.2.2 Phase θ	15
2.3 Traitements Thermiques	17
2.3.1 Traitement en solution et le processus de trempe.....	17
2.3.2 Traitements de vieillissement	20
2.4 Calorimétrie Différentielle À Balayage (DSC)	21
2.4.1 Principes généraux.....	22

TABLE DES MATIÈRES

2.4.2	Correction de la référence en calorimétrie	25
2.4.3	Études qualitatives	28
2.4.4	Analyse quantitative	29
2.4.5	Réponses DSC	33
2.5	Sommaire	34
	Références	35
CHAPITRE 3	PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES	44
3.1	Matériaux et Traitements Thermiques	44
3.1.1	Alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn	44
3.1.2	Alliage de coulée PM Al-Si-Mg-Cu 319	45
3.1.3	Alliage extrudé Al-Si-Mg 6082	46
3.2	Performance DSC	48
3.3	Observations de la Microstructure et Évaluations des Propriétés	51
3.3.1	Préparation de la métallographie	51
3.3.2	Analyse de la microstructure	51
3.3.3	Tests de micro dureté	53
3.3.4	Tests de conductivité électrique	54
	Références	54
CHAPITRE 4	EMPREINTE DIGITALE DSC DES TREMPES	56
4.1	Alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn	56
4.1.1	Thermogrammes DSC	56
4.1.2	Microstructure et évaluations des propriétés	59
4.2	Alliage De Coulée PM Al-Si-Mg-Cu 319	65
4.2.1	Thermogrammes DSC	65
4.2.2	Évaluations des propriétés et microstructures	68
4.3	Alliage Extrudé Al-Si-Mg 6082	73
4.3.1	Thermogrammes DSC	73

TABLE DES MATIÈRES

4.3.2	Évaluation des propriétés et microstructures.....	79
4.4	Sommaire.....	83
	Références	84
CHAPITRE 5 CINÉTIQUE DE PRÉCIPITATION DE L'ALLIAGE		
D'AlSi10Mg0.3Mn 87		
5.1	Détermination des Paramètres Cinétiques de Précipitation.....	87
5.2	Precipitates Energie D'activation de Divers Précipités	90
5.2.1	β'' dans F & trempes de Solution	90
5.2.2	β' dans les trempes T5 et T6.....	92
5.2.3	β dans les trempes T7	97
5.3	Sommaire.....	99
	Références	100
CHAPITRE 6 CONCLUSIONS		
101		
CHAPITRE 7 RECOMMANDATIONS		
104		
ANNEXE I. FONCTIONS DE RÉACTION COMMUNES		
105		
ANNEXE II. DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION.....		
106		

LISTE DES FIGURES

Figure 2-1	Diagramme de phase de Al-Mg [6].....	10
Figure 2-2	Séquence de précipitation des phases trouvées lors du durcissement par vieillissement des alliages Al-Mg-Si [26-31].....	13
Figure 2-3	Images MET de l'alliage Al-Si-Mg soumis à 2 traitements thermiques différents. (a) mise en solution et refroidissement, vieillissement artificiel immédiat à 180 °C pendant 540 min, (b) mise en solution et extinction, vieillissement naturel pendant 10000 min à 20 °C, vieillissement à 180 °C pendant 540 min. Les valeurs de dureté pour ces deux images sont 118 & 110 HV [31].....	14
Figure 2-4	Image MET de la dispersoïde nucléée à la surface de la phase U (a) et schéma des relations entre précipités et dispersoïdes (b) [35].	15
Figure 2-5	Séquence de précipitation de Al_2Cu dans les alliages Al-Cu [43, 44].....	16
Figure 2-6	Schéma de la coupe transversale du calorimètre différentielle à balayage à compensation de puissance.	23
Figure 3-1	Schéma de principe des traitements thermiques appliqués aux alliages AlSi10Mg0.3Mn HPVDC.....	45
Figure 3-2	Diagramme schématique des traitements thermiques appliqués à l'alliage coulée 319.	46
Figure 3-3	Diagramme schématique des traitements thermiques appliqués à l'alliage extrudé 6082.	47

LISTE DES FIGURES

Figure 3-4	Processus de description de la normalisation pour l'échantillon AlSi10Mg0.3Mn et la référence avec la vitesse de chauffage de 10 K/min (a) soustraction de référence, (b) correction de l'effet thermique, (c) normalisation et (d) courbe finale.....	50
Figure 4-1	Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min d'alliages AlSi10Mg0.3Mn dans différents :trempes (a) F et SHT; (b) les trempes de vieillissement T5, T6 et T7.	58
Figure 4-2	Microstructures optiques des alliages AlSi10Mg0.3Mn de différentes trempes: (a) F, (b) SHT, (c) T5, (d) T6 et (e) T7.....	60
Figure 4-3	La distribution des précipités sous diverses trempes: (a) T5, (b) T6, (c) T7 et (d) analyse quantitative.	62
Figure 4-4	Conductivité électrique moyenne et dureté Vickers des alliages AlSi10Mg0.3Mn sous différentes trempes.....	64
Figure 4-5	Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min des alliages 319 dans différentes trempes, (a) F et SHT; (b) les trempes T5, T6 et T7.	66
Figure 4-6	La conductivité électrique moyenne et les résultats des tests de dureté Vickers pour toutes les conditions dans les alliages 319.....	68
Figure 4-7	Observation au microscope optique alliages 319 sous: (a) F et (b) trempes SHT.....	69
Figure 4-8	Image limée brillante MET des trempes de vieillissement des alliages 319 : (a) T5, (b) T6, (d) T7 et les SADP correspondants pour T6 (c) et T7 (e).	71
Figure 4-9	Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min des alliages 6082	

dans (a)F et la trempe de solution (b) les trempes de vieillissement naturels et (c) les trempes à T5 et T6.	75
Figure 4-10 Résumé statistique pour les pics de précipitation de β'' , β' et β à partir des courbes DSC d'échantillons naturels vieillis: (a) trempe à l'eau et (b) trempe à l'air.....	76
Figure 4-11 La conductivité électrique moyenne (a) et les résultats de la dureté Vickers (b) de toutes les conditions pour les alliages 6082.	81
Figure 4-12 Images MET limées brillantes de T6 avec trempe à l'eau (a), trempe à l'air (b) et T5 (c), trempes des alliages 6082, et (d) densité moyenne numérique correspondante et longueur des précipités.	82
Figure 5-1 (a) Courbes DSC de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn en trempe F avec différentes vitesses de chauffage; et (b) la fraction transformée en courbes en forme de S de précipitation β''	88
Figure 5-2 Détermination de l'énergie d'activation pour la précipitation β'' dans la trempe F de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn: (a) la courbe cinétique utilisant la méthode KAS dans diverses valeurs α . Les valeurs de r^2 pour ces raccords linéaires vont de 0.97 à 0.99; (b) l'évolution de l'énergie d'activation de la précipitation β'' comme fonction de la fraction transformée. La valeur de r^2 pour l'ajustement polynomial est de 0.99.	89
Figure 5-3 (a) Courbes en forme de S de la précipitation de β'' basées sur le premier pic de DSC dans les trempes F, 460SHT et 500SHT (b) Les évolutions de l'énergie d'activation de la précipitation de β'' comme fonction de la fraction transformée pour les trempes F et SHT des alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99. ...	92

Figure 5-4	(a) Courbes en forme de S du pic de précipitation de β' en DSC de T5, T6 avec solution partielle et complète. (b) Les évolutions des énergies d'activation de la précipitation β' en fractions transformées pour les trempes T5 et T6 avec solution partielle et complète d'alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99.	94
Figure 5-5	Images de champ lumineux MET de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn avec la trempe T5 dans l'axe de la zone [001] (a) et l'axe de la zone [011] (b); trempe T6 avec solution partielle (c) et avec solution complète (d), et statistiques quantitatives des précipités (e) respectivement.	95
Figure 5-6	Les évolutions des énergies d'activation en fractions transformées pour les trempes T7 en solution partielle et complète d'alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99.	97
Figure 5-7	Images MET en champ clair de T7 avec solution partielle (a), solution complète (b) et statistiques quantitatives des précipités (c).	98
Figure 7-1	Schemas pour expliquer la limitation de la méthode DSC.	104
Figure 7-2	Traitement en solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β'' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	106
Figure 7-3	Traitement en solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β'' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	107
Figure 7-4	Trempe T5. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en	

forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.....	108
Figure 7-5 Trempe T6 avec solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	
	109
Figure 7-6 Trempe T6 avec solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	
	110
Figure 7-7 Trempe T7 avec solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	
	111
Figure 7-8 Trempe T7 avec solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.	
	112

LISTE DES TABLEAUX

Table 3-1	Composition chimique (wt.%) de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn.....	44
Table 3-2	Composition chimique (wt.%) de l'alliage coulé 319.....	45
Table 3-3	Composition chimique (wt.%) de l'alliage extrudé 6082.....	47
Table 3-4	Différentes trempes appliqués dans les alliages expérimentaux.....	48
Table 4-1	Résumé des caractérisations DSC AlSi10Mg0.3Mn.	57
Table 4-2	Résumé des caractérisations DSC des alliages 319.....	67
Table 4-3	Résumé des caractérisations DSC en alliage 6082.....	75
Table 7-1	Expressions sélectionnées pour la fonction de réaction $f(\alpha)$	105

LISTE DES SYMBOLES

α	Fraction transformée
α_{Mg}	Constante à propos de l'élément
A	Zone de l'image sélectionnée
a	Variable intermédiaire pour le calcul de la longueur réelle
β	Taux de chauffage DSC
b	Variable intermédiaire pour le calcul de la longueur réelle
C_s	Concentration d'atomes de soluté
C_1, C_2, C_3, C_4	Constante indépendante
c	Constante pour le calcul de la longueur réelle, égale à 4
Δ	Epaisseur de la couche de surface
E, E_a	Energie d'activation
$f(\alpha)$	Fonction de réaction
θ	Angle de rotation
H_{Mg}	Constante à propos de l'élément
HV	Dureté Vickers
κ	Indice constant entre 0 et 2
k_0, k_B	Coefficient de la constante
$k(T)$	Fonction dépendante de la température
λ	Réelle longueur des précipités
λ_{CUT}	Longueur réduite moyenne, $\sim \lambda/2$

LISTE DES SYMBOLES

l	Longueur moyenne observée
$\langle l \rangle$	Longueur moyenne des aiguilles
ν	Variable intermédiaire pour le calcul de la longueur réelle, longueur par épaisseur
N_{\parallel}	Nombre d'aiguilles parallèles à la direction d'observation
n	Paramètre pour le type de transformation
ζ	Facteur de correction de longueur
$p(y)$	Intégrale d'Arrhenius
ρ	Densité numérique des précipités
R	Constante de gaz, égale à $8.314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
σ_{SS}	Renforcement de la solution solide
τ	Épaisseur de la zone sélectionnée
T	Température
T_i	Température de la vitesse de chauffage de i°
$T_{\alpha, i}$	Température de la vitesse de chauffage de i° à certaines fractions α transformées
$T_f(\beta)$	Température de certaines fractions transformées avec la vitesse de chauffage β
t	Temps
t_f	Temps nécessaire pour atteindre certaines fractions transformées
φ	Angle d'inclinaison
ϕ_i	vitesse de chauffage de i°
y	E/RT
y_f	E/RT_e , T_e étant la température atteinte pendant le chauffage linéaire

REMERCIEMENTS

Par la présente, j'exprime sincèrement ma reconnaissance et mon appréciation à quiconque qui m'a offert un soutien et encouragement pendant ma période d'études et de recherche en tant qu'étudiant à la maîtrise à l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC).

Tout d'abord, je voudrais exprimer ma gratitude à mon directeur, le Dr. X.-Grant Chen, pour avoir offert une telle occasion si chère afin que je puisse me joindre à ce groupe et étudier au Canada. Ses conseils extrêmement méticuleux, combinés à sa passion pour la recherche sur l'inconnu, m'ont profondément inspiré pour surmonter les difficultés et mener à bien l'ensemble de ce projet qui était avant tout, un domaine totalement nouveau à ma connaissance.

Deuxièmement, je voudrais remercier mon co-directeur, Dr. Kun Liu, pour avoir fourni des informations utiles et des avis constructifs à mon étude via des discussions intenses, et fait des efforts pour modifier tous mes écrits. Je voudrais également adresser mes remerciements au Dr. Zhan Zhang pour m'avoir orienté dans l'exploitation de MEB et de MET pour l'observation et la maintenance, ainsi que pour ses compétences professionnelles, et pour tous ses conseils éclairés sur mon projet.

Troisièmement, je voudrais exprimer mes remerciements à tous les membres du groupe CURAL, en particulier à M. Dany Racine, M. Samuel Dessureault et M. Dave

Girard pour leur assistance technique professionnelle, ainsi qu'à Dr. Emad Elgallad pour son soutien indéfectible dans l'explications des principes et pour toutes les séances de discussions utiles que nous avons eues.

Je voudrais également exprimer mes remerciements à mes collègues et amis, pour votre contact généreux et désintéressé, afin que je puisse partager avec vous toute la joie de vivre ici. Le délicieux barbecue et le pot-au-feu que nous avons préparés ensemble, le soleil qui brille au bord de la plage de Cuba, le magnifique paysage de Banff, l'escalade de La Baie, le sauna et le printemps chaud entourés de fortes chutes de neige, tous ces beaux souvenirs ne se faneront jamais dans ma tête. Je ne peux pas imaginer comment j'aurais pu survivre à un hiver aussi froid et ennuyeux sans votre existence à tous.

De plus, je tiens à remercier le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) et Rio Tinto Aluminium par le biais de la Chaire de recherche du CRSNG sur la transformation de la métallurgie de l'aluminium de l'Université du Québec à Chicoutimi.

Finalement, mais non le moindre, je voudrais exprimer ma plus profonde gratitude et mon amour infini à mes parents et à ma famille, qui consacrent toute leur force et leur amour éternel pour me soutenir fermement et m'encourager de façon virtuelle à persister pour la victoire finale!

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Contexte

L'aluminium est l'élément métallique le plus abondant dans la croûte terrestre, représentant 8.3% en masse, et le troisième le plus abondant de tous les éléments, juste après l'oxygène et le silicium [1]. Al et ses alliages sont les deuxièmes métaux et alliages les plus utilisés après l'acier dans les sociétés modernes.

Ces dernières années, les alliages d'aluminium, y compris les alliages d'aluminium moulés et forgés, sont de plus en plus utilisés pour les pièces structurales de carrosseries et de suspensions dans l'industrie automobile, ainsi que pour la peau et le châssis principal des avions dans les industries aérospatiales. Ils se sont actuellement imposés comme matériaux structurels légers et ont été appliqués sur le marché des transports sous diverses formes. Ceci est dû non seulement aux propriétés polyvalentes des matériaux en aluminium eux-mêmes, mais également au large éventail de possibilités de conception qu'ils offrent dans les différents types de produits semi-finis, tels que les lingots / billettes après diverses méthodes de coulée et plaques / feuilles après les processus post-déformation.

Les alliages d'aluminium moulés utilisés dans la production pratique sont principalement dérivés de la famille d'alliages hypoeutectiques Al-Si (<12% de

silicium) [2], tels que l'alliage de type 319, qui est un système Al-Si-Cu avec les principaux précipités durcissement de Al_2Cu (θ). De nos jours, de fortes demandes pour la production de pièces structurales en aluminium à parois minces avec une géométrie compliquée, s'augmentent de plus en plus à partir du développement de la conception de l'utilisateur; et le moulage sous vide à haute pression (HPVDC) est un processus très approprié pour répondre à de telles demandes, qui peut également être utilisé pour produire des composants qui sont à la fois traitables à la chaleur et maniables dans le développement récent. AlSi10Mg0.3Mn (Aural-2[®]) est développé dans un tel processus basé sur le système binaire Al-Si. En outre, les alliages moulés Al-Si-Mg avec les principaux précipités durcissants comme Mg_2Si (β), ainsi que l'alliage d'aluminium coulé Al-Si-Mg 6xxx avec les précipités Mg_2Si , sont largement utilisés pour les applications structurales de résistance, dans lesquelles sont principalement produits des alliages d'aluminium 6xxx comme des extrusions sous forme de plaques et de profils complexes.

Du point de vue des applications, les propriétés mécaniques sont extrêmement importantes dans la plupart des cas, car les alliages d'aluminium légers jouent presque le rôle de matériaux structuraux. Les alliages d'aluminium destinés à la fabrication de pièces structurales, telles que les pièces utilisées dans l'industrie automobile [2], sont souvent soumis à un traitement thermique de durcissement par précipitation [3] après le processus de fabrication conformément à certaines spécifications et normes

associées [4]. Les meilleures propriétés mécaniques sont associées à la formation de précipités sous forme de phases de renforcement [5, 6] par le biais d'une séquence de traitement thermique optimale, comprenant de manière non limitative la solution, la trempe et le traitement de vieillissement et en général [7].

Pendant la période d'utilisation, les pièces rencontrent inévitablement des problèmes tels que des dommages et doivent être remplacées. Cependant, différentes trempes sont réalisés sur ces pièces en fonction des applications. Par conséquent, il est nécessaire de connaître la condition de traitement thermique appliquée de certaines pièces afin de pouvoir effectuer un diagnostic rapide et de fournir les bonnes solutions; ce qui sera très utile dans les applications pratiques. La technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) peut être utilisée pour étudier les réactions à l'état solide [8], par exemple la précipitation ou d'autres processus de transformation de phase dans des alliages d'aluminium. Pour chaque alliage et trempe, une courbe DSC unique peut être produite pour aider à déterminer la caractérisation de la transformation de phase d'une certaine condition. Par conséquent, la DSC peut être une technologie pratique pour fournir l'empreinte digitale unique des trempes et des alliages, et offrir les informations précieuses sur le diagnostic des conditions des pièces. Toutefois, les recherches systématiques d'empreintes digitales des trempes dans les alliages d'aluminium DSC sont limitées.

Dans cette présente œuvre, les alliages d'aluminium les plus largement utilisés

dans les industries modernes, tels que l'alliage coulé Al-Si-Cu 319 obtenu après coulée de moulage permanent(MP), l'alliage AlSi10Mg0.3Mn obtenu après moulage sous haute pression (HPVDC) et les alliages extrudés Al- Si-Mg 6082 obtenus après coulée en CD ont été étudiés dans diverses conditions, y compris la solution fabriquée, la solution traitée et les trempes vieillissantes, en utilisant la technique DSC dans le but de caractériser les courbes DSC et d'établir les liens entre les caractéristiques des courbes DSC et leurs propriétés mécaniques et propriétés physiques.

1.2 Objectifs

Dans cette étude, l'analyse DSC est réalisée sur le moulage sous vide à haute pression AlSi10Mg0.3Mn, la coulée de moulage permanent 319 et les alliages extrudés 6082 pour identifier les caractéristiques de certaines trempes, afin de créer un lien entre la cinétique de précipitation, la microstructure et les propriétés mécaniques dans ces alliages d'aluminium largement utilisés. Pour atteindre cet objectif, la recherche comportera les trois parties suivantes:

Partie I: Recherche des caractéristiques des courbes DSC de différentes trempes dans trois alliages différents. Dans cette partie, les tests DSC seront appliqués sur les alliages à différentes trempes et les courbes DSC seront systématiquement analysées pour trouver les caractéristiques de chaque trempe. Parallèlement, la cinétique de précipitation sera étudiée à partir de l'analyse des courbes DSC à différentes vitesses

de chauffage sur des alliages sélectionnés.

Partie II: Etudier l'évolution de la microstructure au cours des diverses trempes dans différents alliages. Dans cette partie, avec diverses trempes, tels que les fabriqués, le traitement de solution partielle / complète et les différentes conditions de vieillissement après le traitement de solution partielle / complète dans l'alliage AlSi10Mg0.3Mn; moulé, traité en solution et différentes conditions de vieillissement pour l'alliage 319; extrudée, solution traitée suivie d'une trempe à l'eau/à l'air, conditions naturelles/au pic vieillissant pour l'alliage 6082, la microstructure sera observée, y compris l'évolution des intermétalliques et des précipités au cours des diverses trempes. En outre, certaines propriétés physiques et mécaniques, y compris la conductivité électrique et la micro dureté sous diverses trempes, seront également mesurées.

Part III: Établir l'empreinte digitale DSC des diverses trempes pour différents alliages. Dans cette partie, les liens entre les caractéristiques DSC, les microstructures et les propriétés physiques et mécaniques seront établies afin de créer des empreintes digitales uniques en rapport avec les différentes trempes et alliages.

Références

- [1] Greenwood, N. N. and Earnshaw, A., *Chemistry of the Elements*. 2012: Elsevier. p. 217.
- [2] Javidani, M. and Larouche, D., *Application of cast Al–Si alloys in internal combustion engine components*. International Materials Reviews, 2014. **59**(3): p. 132-158.
- [3] Mohamed, A. and Samuel, F., *A review on the heat treatment of Al-Si-Cu/Mg casting alloys*, in *Heat Treatment-Conventional and Novel Applications*. 2012, IntechOpen.
- [4] Benedyk, J. C., *International temper designation systems for wrought aluminum alloys*. Light metal age, 2009.
- [5] Chakrabarti, D., Cheong, B.-K., and Laughlin, D. E., *Precipitation in Al-Mg-Si-Cu alloys and the role of the Q phase and its precursors*. Minerals, Metals and Materials Society/AIME(USA), 1998: p. 27-44.
- [6] Chakrabarti, D. J. and Laughlin, D. E., *Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions*. Progress in Materials Science, 2004. **49**(3): p. 389-410.
- [7] Manente, A. and Timelli, G., *Optimizing the heat treatment process of cast aluminium alloys*, in *Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys*. 2011, IntechOpen.
- [8] Starink, M. J., *Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics*. International Materials Reviews, 2004. **49**(3-4): p. 191-226.

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

Dans le présent projet, des alliages à base de Al-Si-Mg (-Cu) ont été appliqués et le comportement des précipitations est fortement influencé par les éléments d'alliage, qui peuvent générer la réponse DSC unique. Par conséquent, les littératures sont réexaminées sur la base des alliages Al-Si-Mg (-Cu), comprenant le rôle des éléments d'alliage et du comportement des précipitations. Dans le même temps, la technique DSC est également réexaminée sous différents aspects, tels que la caractérisation et la réponse de diverses trempes.

2.1 Eléments D'alliage

2.1.1 Silicium

Le silicium est l'un des éléments d'alliage les plus importants utilisés dans la majorité des alliages de coulée d'aluminium. Il est principalement responsable de ce que l'on appelle la bonne capacité de coulée, qui cause la grande fluidité et le faible rétrécissement de l'alliage, ainsi que sa faible densité, ce qui peut être un avantage pour réduire le poids total du composant moulé et présente une très faible solubilité dans l'aluminium. Si réduit le coefficient de dilatation thermique des alliages Al-Si, mais l'usinabilité est médiocre avec l'ajout de silicium dans l'aluminium. En fonction de la concentration en Si en pourcentage de poids, les systèmes en alliage Al-Si sont

divisés en trois catégories principales: hypo eutectique ($<12 \text{ wt.}\% \text{ Si}$), eutectique ($12 \sim 13 \text{ wt.}\% \text{ Si}$) et hyper eutectique (de $14 \sim 25 \text{ wt.}\% \text{ Si}$). G. T. Abdel-Jaber *et al.* [1] étudient la solidification et le comportement mécanique de l'alliage Al-Si contre à la fois, les conditions de coulée et la teneur en silicium ($3\% \sim 15\% \text{ wt.}\% \text{ Si}$). Il a été constaté qu'avec l'augmentation de la teneur en Si, le temps de solidification augmentait, et une diminution de la température du liquide était observée jusqu'à 12%, puis augmentait avec $\text{wt.}\%$ de silicium.

Il a également été signalé que la densité de particules de Si grossières jouait un rôle essentiel dans la recristallisation dynamique. D'après les études de Yuna Wu *et al.* [2] et Yongjin Wang *et al.* [3], la recristallisation dynamique se produit progressivement avec l'augmentation de la teneur en Si dans les alliages d'aluminium. Et lors de l'extrusion à chaud, une densité élevée de particules de Si dans les alliages d'Al peut induire une recristallisation dynamique, qui joue un rôle important dans l'amélioration de l'allongement.

Le silicium seul dans l'aluminium produit un alliage non traitable thermiquement; cependant, en combinaison avec le magnésium, il produit un alliage pouvant être traité thermiquement et durcissant par précipitation. Les ajouts de silicium à l'aluminium sont couramment utilisés pour la fabrication de pièces coulées. Les applications les plus courantes des alliages Al-Si sont les fils d'apport pour soudage et le brasage de l'aluminium.

2.1.2 Magnésium

Le magnésium a une très haute solubilité solide dans l'aluminium (jusqu'à 14.9% à 450°C). Le magnésium peut renforcer et améliorer considérablement les caractéristiques de durcissement de l'aluminium. Il peut conférer une bonne résistance à la corrosion et à la soudabilité ou une force extrêmement élevée [4, 5]. Cependant, il diminue à 1.7 wt.% à la température ambiante, comme le montre la figure 2-1 [6].

Lorsque Mg est ajouté à des alliages d'aluminium avec du silicium, des particules de Mg_2Si se forment pendant la solidification. À la plage de température de 300°C à 500°C, Mg_2Si grossira rapidement ou se dissoudra dans la matrice. Par conséquent, le durcissement en solution solide est facile à réaliser en ajoutant un élément Mg. Le renforcement de la solution solide à partir de Mg à la température ambiante peut être calculé selon l'équation ci-dessous [7, 8]:

$$\sigma_{SS} = HC_s^\alpha \quad (1)$$

Où C_s était la concentration d'atomes de soluté, $H_{Mg} = 13.8 \text{ MPa/wt.}\%$ [7], $\alpha_{Mg} = 1$. Cependant, une teneur élevée en Mg diminuera la maniabilité [9, 10].

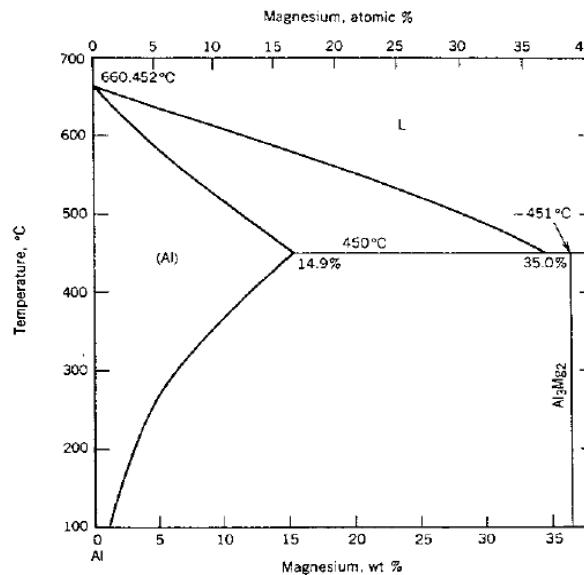


Figure 2-1 Diagramme de phase de Al-Mg [6].

Pendant le traitement de vieillissement, une grande quantité de particules de Mg_2Si à l'échelle nanométrique peut être obtenue afin de provoquer le durcissement par vieillissement. Il a été rapporté que les teneurs en Mg peuvent augmenter la limite d'élasticité tout en diminuant la ductilité et la résistance à la cassure [11, 12]. Il a également été rapporté que Mg peut abaisser la température eutectique et rendre la structure de Si eutectique plus hétérogène [13]. Dans la microstructure coulée des alliages fondus Al-Si, les phases contenant du Mg pouvant se former pendant la solidification sont Mg_2Si et la phase π -Fe. La teneur en magnésium affecte fortement la formation de phases contenant du fer et les propriétés mécaniques. L'augmentation des teneurs en Mg dans les alliages Al peut entraîner une augmentation de la limite élastique, de la force de traction [14, 15] et de la dureté [14-16] combinées à une réduction de l'allongement à la cassure. Et une teneur critique en Mg est nécessaire pour favoriser la modification des particules eutectiques de silicium, bien que cette

teneur critique en Mg puisse être différente en fonction de la composition de l'alliage [17].

La teneur en magnésium peut également jouer un rôle dans la diminution de la température de fusion initiale des composés intermétalliques dans les alliages d'aluminium. Selon l'étude de F. H. Samuel *et al.* [18], dans les alliages à faible teneur en magnésium (*i.e.* avec $\text{Mg} \sim 0.04 \text{ wt.}\%$), la fusion de la phase Al_2Cu a commencé à 540°C . L'augmentation de la teneur en magnésium jusqu'à $\sim 0.5 \text{ wt.}\%$ peut réduire la température de fusion initiale du produit intermétallique $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ (phase Q) à 505°C .

2.1.3 Cuivre

Le cuivre est partiellement soluble dans une solution solide de $\alpha\text{-Al}$ avec une solubilité maximale à l'équilibre de $5.65 \text{ wt.}\%$. Les alliages Al-Cu contiennent typiquement entre 2 et 10% de cuivre, avec des ajouts moins importants d'autres éléments. Le cuivre procure une augmentation substantielle de la résistance et de la dureté et facilite le durcissement de précipitation, à la fois traité thermiquement et non traité thermiquement, à la température ambiante et à la température de service élevée. Il améliore également l'usinabilité des alliages en augmentant la dureté de la matrice. L'introduction de cuivre dans l'aluminium peut également réduire la ductilité et la résistance à la corrosion. La susceptibilité à la fissuration par solidification des

alliages aluminium-cuivre est accrue. Par conséquent, certains de ces alliages peuvent être les alliages d'aluminium les plus difficiles à souder. Ces alliages comprennent certains des alliages d'aluminium les plus résistants pouvant être traités à la chaleur. Les applications les plus courantes pour les alliages Al-Cu sont l'aérospatiale, les véhicules militaires et les ailettes de roquette.

L'ajout de cuivre aux alliages eutectiques Al-Si augmentera la capacité de traitement thermique, entraînant une légère augmentation de la fluidité de l'alliage et une dépression de la température eutectique du Si d'env. 1.8 °C pour 1 wt.% de Cu ajouté. Par conséquent, l'ajout de Cu augmente la plage de solidification de l'alliage. Néanmoins, il peut également faciliter les conditions de formation de porosité [19].

Lorsqu'on applique du traitement thermique de vieillissement sur des alliages Al-Cu ou Al-Mg-Si-Cu à env. 100 °C à 200 °C, le métastable à l'échelle nanométrique Al_2Cu [20] et AlCuMgSi (phase *Q*) [21, 22] vont précipiter. La phase *Q* métastable possède un taux de rugosité inférieur à celui du métastable Mg_2Si [23, 24], ce qui pourrait contribuer à l'ajout de Cu dans les alliages. Quelques études [23-25] ont confirmé que le Cu améliorerait la stabilité thermique des alliages AA6xxx. Cela était dû à la meilleure résistance thermique de la phase *Q* métastable à la rugosité comparée à celle de Mg_2Si métastable [23].

2.2 Comportements De Précipitation

2.2.1 Phase β

Selon des études antérieures, la séquence de précipitation au cours du traitement thermique dans l'alliage Al-Si-Mg est représentée comme suit dans la figure 2-2:

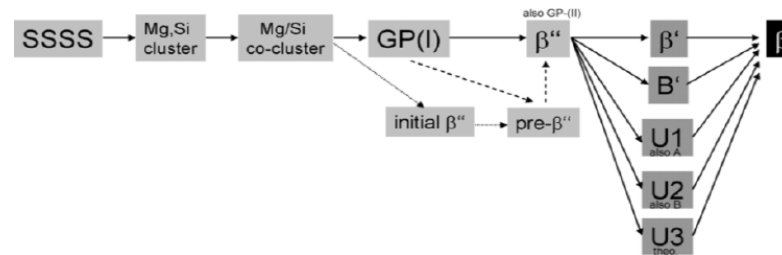


Figure 2-2 Séquence de précipitation des phases trouvées lors du durcissement par vieillissement des alliages Al-Mg-Si [26-31].

La solution solide sursaturée (SSSS) se décompose lorsque les atomes de Mg et de Si sont attirés d'abord vers eux-mêmes (groupage), puis les uns vers les autres (Co-groupage) pour former des zones précipitées de Guinier-Preston (GP), parfois également appelées GP (I) ou initial- β'' . Bientôt, ces zones GP (I) s'allongent dans la direction de la matrice [100] et évoluent ensuite directement vers une phase cohérente en forme d'aiguille β'' , puis vers un certain nombre d'autres phases métastables semi-cohérentes appelées β' , B' , U_1 , U_2 (un autre, U_3 , a été postulé théoriquement), ou forme d'abord une phase intermédiaire appelée pré- β'' . La séquence dépend de la teneur en Mg et en Si et des températures appliquées. La phase finale d'équilibre non cohérent β n'est atteinte que pour les températures les plus élevées [31]. Les précipités typiques de l'alliage Al-Si-Mg sont illustrés dans la figure 2-3.

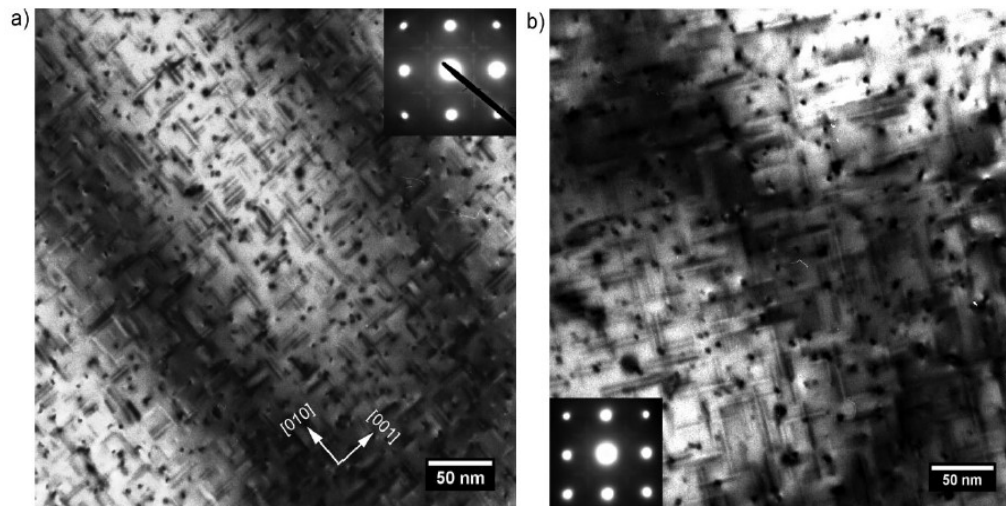


Figure 2-3 Images MET de l'alliage Al-Si-Mg soumis à 2 traitements thermiques différents. (a) mise en solution et refroidissement, vieillissement artificiel immédiat à 180 °C pendant 540 min, (b) mise en solution et extinction, vieillissement naturel pendant 10000 min à 20 °C, vieillissement à 180 °C pendant 540 min. Les valeurs de dureté pour ces deux images sont 118 & 110 HV [31].

La force mécanique de vieillissement des pics des alliages Al-Mg-Si provient principalement du β'' . La taille typique de l'aiguille β'' est d'environ $4 \times 4 \times 50 \text{ nm}^3$ [32]. Un autre vieillissement excessif transforme l'aiguille β'' en bâtons épais β' . La phase β' se présente sous forme de barreaux d'env. $10 \times 10 \times 500 \text{ nm}^3$ [29]. La phase d'équilibre β s'est révélée être des plaques de plusieurs micromètres avec la composition Mg_2Si [21, 33, 34]. Selon les études précédentes de [35-37], les précipités des métastables Mg_2Si ont un effet positif sur la nucléation des dispersoïdes en alliages 6xxx. Une phase intermédiaire phase U peut se nucléer sur le β' - Mg_2Si . Avec un recuit continu, les dispersoïdes $\alpha\text{-Al (MnFeCr) Si}$ nucléés de manière hétérogène sur la «phase U» précipitent avant que ces précipités ne soient dissous [35], comme le montre la figure 2-4.

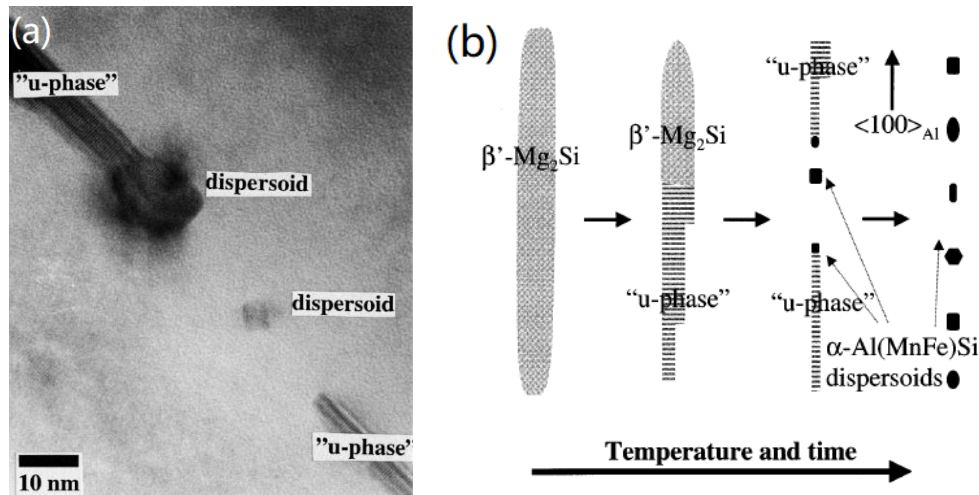


Figure 2-4 Image MET de la dispersoïde nucléée à la surface de la phase U (a) et schéma des relations entre précipités et dispersoïdes (b) [35].

Yanagihara *et al.* [38] ont étudié les structures de précipitation dans la coulée et les conditions T5, à la fois à partir d'alliages à haute pression et de coulée de moulage permanent dans des alliages Al-10wt.% Si-0.3wt.% Mg, en utilisant la microscopie électronique à transmission et la microscopie électronique à balayage à émission de champ. Les trois types de précipités, par exemple, l'aiguille, la tige et le granulaire, ont été classés, ce qui peut être très utile pour l'identification lors de l'observation de précipités en utilisant MET pour des échantillons de trempe T5.

2.2.2 Phase θ

Le phénomène de précipitation dans les alliages d'aluminium a été initialement découvert par Ardel en 1906 [39]. Il a constaté que la dureté des alliages d'aluminium contenant du magnésium, du cuivre et d'autres oligo-éléments augmentait avec le temps à la température ambiante, ce qui a été expliqué plus tard par le durcissement par précipitation. Au fil des ans, de nombreuses recherches ont été menées pour

comprendre la cinétique de vieillissement des traitements thermiques T4 et T6 et pour étudier les effets du sous-vieillissement, du vieillissement de pic et du vieillissement excessif sur la dureté [39, 40], l'ultime force de traction, comportement de propagation des fissures [41] et la réponse cyclique tension-allongement des alliages aluminium-silicium coulés [42].

La séquence de précipitation pour un alliage Al-Si-Cu, tel que le 319, est basée sur la formation de précipités à base de Al_2Cu . La séquence de précipitation de la phase θ est généralement décrite comme suit [43, 44]:

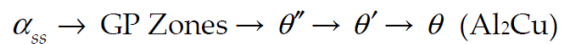


Figure 2-5 Séquence de précipitation de Al_2Cu dans les alliages Al-Cu [43, 44].

La séquence commence par la décomposition de la solution solide et le regroupement des atomes Cu. Le regroupement conduit ensuite à la formation de zones GP cohérentes en forme de disque. Aux conditions de vieillissement à la température ambiante, les zones GP apparaissent de manière homogène et se présentent sous la forme de disques bidimensionnels riches en cuivre avec des diamètres d'environ 3 à 5 nm. Au fur et à mesure que le temps augmente, ces zones GP augmentent en nombre tout en restant approximativement constantes en taille. En ce qui concerne les alliages Al-Cu, lorsque la température de vieillissement augmente au-dessus de 100 °C, les zones GP se dissolvent et sont remplacées par le précipité θ'' . Ce précipité est une plaque tridimensionnelle en forme de disque ayant un

arrangement en tétragone ordonné de Al et d'atomes Cu. θ'' apparaît également pour nucléer de manière uniforme dans la matrice, et il est cohérent avec la matrice dans les alliages binaires Al-Cu. Le degré élevé de cohérence provoque l'apparition de champs cohérence-allongement importants [45], ce qui confère au matériau une force de pic en ce moment.

Au fur et à mesure que le vieillissement avance, le θ'' commence à se dissoudre, et θ' commence à se former en se nucléant sur les dislocations et / ou les parois cellulaires [44]. θ' a également une forme semblable à une plaque et est composé de Al et d'atomes Cu dans une structure de tétragone ordonnée. θ' perd toutefois sa cohérence avec la matrice au fur et à mesure qu'il grandit. Ainsi, étant donné que les champs cohérence-allongement à longue distance ne se produisent pas, une diminution des propriétés de puissance peut être observée, tandis qu'un vieillissement continu provoque l'apparition de l'équilibre de précipité θ (Al_2Cu). Ayant une forme de tétragone, la phase θ est totalement incohérente avec la matrice; ce fait, combiné à sa taille relativement grande et à sa distribution grossière, réduit considérablement les propriétés de puissance [45].

2.3 Traitements Thermiques

2.3.1 Traitement en solution et le processus de trempe

Un traitement en solution est effectué à haute température proche de la

température eutectique de l'alliage. Les objectifs du traitement en solution sont (1) de dissoudre les phases solubles contenant des éléments de Cu et / ou de Mg qui se sont formées pendant la solidification; (2) homogénéiser les éléments d'alliage et se préparer pour la précipitation des phases de renforcement; (3) sphéroïdiser des particules Si eutectiques et améliorer la ductilité de l'alliage. Le taux de ces trois processus augmente lorsque la température de traitement en solution augmente. La puissance qui peut être obtenue après vieillissement augmente également avec la température, car la solubilité maximale du soluté pouvant être obtenue dans la matrice augmente [46]. La plage de températures de traitement en solution est limitée par la concentration de Cu et de Mg dans l'alliage en raison de la possible fusion initiale de la phase formée au cours de la dernière étape du processus de solidification et est riche en éléments de soluté en raison de la ségrégation. Les alliages Al-Si-Mg moulés peuvent être traités à 540-550 °C [47], tandis que les phases contenant du Cu commencent à fondre à 519 °C dans un alliage A319 à faible concentration en Mg. La fusion débute à 505 °C dans un alliage A319 avec 0.5 wt.% Mg, en raison de la présence de la phase *Q* de $\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Si}_6\text{Cu}_2$ [18].

L'objectif de la trempe est de supprimer la précipitation lors du refroidissement de la température de traitement en solution élevée à la température ambiante. Dans des cas normaux, le processus de trempe vise à geler le soluté dans la matrice et obtenir une solution solide sursaturée afin de fournir une préparation adéquate à la

précipitation. Si les atomes ne sont pas dissous dans la matrice pendant la procédure du traitement en solution, alors ils ne sont pas aptes pour le durcissement de précipitation après le traitement de vieillissement. Si le taux de trempe est suffisamment élevé, alors le soluté est conservé dans une solution solide et un grand nombre de vides sont également conservés. Par ailleurs, si le refroidissement est trop lent, les particules précipitent de manière hétérogène au niveau des joints de grains ou des dislocations, ce qui entraîne une réduction de la soluté en sursaturation et concomitamment, une limite d'élasticité maximale basse après vieillissement. L'inconvénient du refroidissement rapide est que des tensions thermiques sont induites dans la coulée. L'eau est souvent utilisée comme moyen de trempe. Lorsqu'une vitesse de trempe plus lente est nécessaire, d'autres éléments de trempe tels que l'huile, les bains de sel et les solutions organiques peuvent être utilisés [46].

Le temps de traitement en solution affecte de manière significative la rugosité de la microstructure, la dissolution des phases intermétalliques et la distribution du cuivre et du magnésium dans la matrice. Pendant le traitement en solution, la fragmentation et la sphéroïdisation du silicium eutectique se produisent en premier, puis suivent le silicium eutectique grossiers avec un traitement en solution croissant [48].

2.3.2 Traitements de vieillissement

Le traitement de vieillissement a lieu à température ambiante, c'est-à-dire vieillissement naturel; ou à une température élevée telle qu'entre 150 et 210 °C, c'est-à-dire un vieillissement artificiel, dans le but d'obtenir une distribution uniforme des petits précipités, donnant une puissance relativement élevée. Comme mentionné précédemment, la séquence de précipitation commence par le niveau élevé de sursaturation et la forte concentration de vides après la trempe, qui entraînent ensuite la formation rapide de zones GP, très petites et finement dispersées dans la matrice, car la diffusion est limitée à la température ambiante durant le vieillissement naturel. Les groupes sont cohérents avec la matrice, mais des tensions élastiques sont induites autour des groupes en raison de la différence de taille entre le soluté et les atomes de soluté. Des précipités cohérents se forment car ils ont une faible énergie d'interface qui donne un rayon critique plus petit, ce qui leur permet de précipiter relativement facilement. Les zones GP et le champ de tensions qui les entoure empêchent les mouvements de dislocation, entraînant une augmentation de la force.

Ensuite, à une température élevée pendant le vieillissement artificiel, les atomes peuvent se déplacer sur de plus grandes distances et les précipités formés dans la matrice ont normalement une taille beaucoup plus grande que les zones GP, c'est-à-dire les précipités métastables, soient cohérents ou semi-cohérents. Les précipités métastables peuvent se nucléer sur les zones GP s'ils ont atteint une taille critique ou

de manière homogène dans la matrice ou de manière hétérogène sur des dislocations ou d'autres défauts de réseau cristallin. Les précipités métastables se développent au cours d'autres vieillissements par diffusion d'atomes de la solution solide sursaturée vers les précipités. Au fur et à mesure que la sursaturation diminue, les précipités continuent de croître en concordance avec la maturation d'Ostwald. Le processus est entraîné par une réduction de l'énergie de surface, de sorte que les plus gros précipités grossissent à mesure que les plus petits se dissolvent. À mesure que les précipités grandissent, la tension de cohérence augmente jusqu'à ce que la force de liaison interfaciale soit dépassée et les précipités deviennent non cohérents. La phase d'équilibre non cohérente est la dernière à se former dans la séquence de précipitation. La procédure de précipitation ne suit pas nécessairement la séquence ci-dessus, elle peut également débuter à un stade intermédiaire, en fonction de l'historique thermique du matériau (vieillissement naturel, température de vieillissement artificiel, vitesse de chauffage, etc.).

2.4 Calorimétrie Différentielle À Balayage (DSC)

La calorimétrie est une technique d'analyse faisant partie d'un groupe de techniques collectivement connues sous le nom de méthodes d'analyse thermique. Les deux techniques de calorimétrie les plus souvent appliquées sont la calorimétrie iso thermique et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), qui est par définition

non iso thermique comme son nom l'indique (*i.e.* un balayage en température). La DSC peut être utilisée efficacement pour étudier les différentes réactions à l'état solide qui se produisent au cours des principales étapes de traitement d'un alliage à base d'Al, telles que la solidification, l'homogénéisation et la précipitation [49]. L'analyse quantitative de la cinétique des réactions, telles que les réactions de précipitation dans les alliages d'aluminium, peuvent aider à mieux comprendre les effets de certains paramètres métallurgiques sur les caractéristiques de précipitation et les propriétés mécaniques [50-54].

2.4.1 Principes généraux

DSC concerne la mesure de la chaleur dégagée par une substance lors du chauffage / refroidissement. Le mot « différentiel » souligne que les mesures impliquent la détermination du comportement relatif d'une substance elle-même et d'un matériau de référence. En DSC, l'équipement peut être étalonné de manière à pouvoir mesurer l'évolution de la chaleur de l'échantillon quantitativement [55]. La DSC s'est révélée être une technique très utile et reproductible pour l'étude des transformations de phase et a été largement appliquée pour étudier la précipitation dans des alliages Al. Outre l'intérêt scientifique fondamental de ces études, leur objectif sous-jacent est d'utiliser la calorimétrie comme un outil efficace et rapide pour étudier diverses caractéristiques des matériaux commerciaux. Par exemple, dans les alliages à base d'Al, les fractions volumiques de précipités, la température de

fusion de phases spécifiques et l'énergie d'activation des réactions peuvent, dans la plupart des cas, être déterminées par la technique DSC.

Il existe deux types de DSC, le flux de chaleur DSC et la compensation de puissance DSC [56]. Les principes de fonctionnement de la compensation de puissance DSC sont illustrés à la figure 2-6, telle qu'elle est équipée en laboratoire et utilisée dans le sujet. Dans le calorimètre, le signal est directement lié à la chaleur différentielle fournie pour conserver l'échantillon et la référence à la même température.

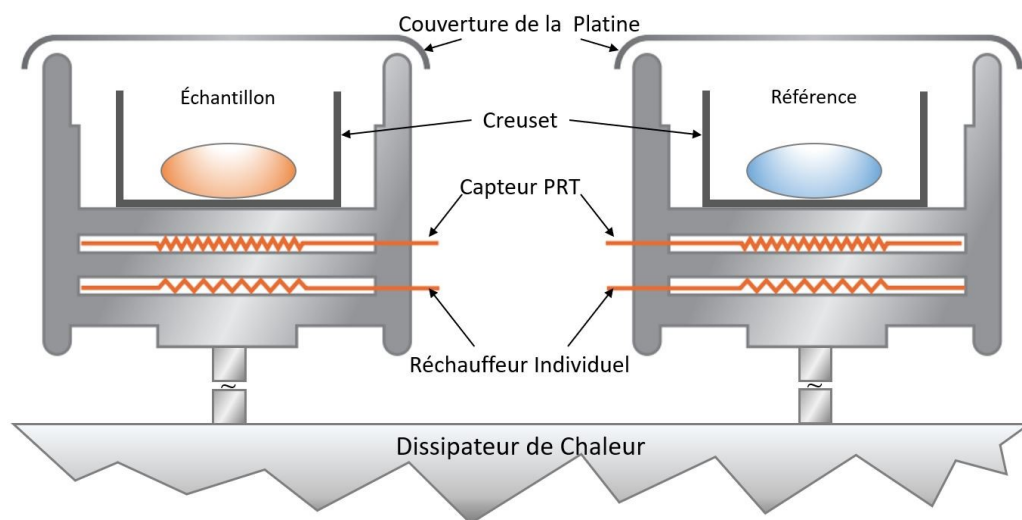


Figure 2-6 Schéma de la coupe transversale du calorimètre différentielle à balayage à compensation de puissance.

Les échantillons d'alliages de métaux légers utilisés pour l'analyse DSC sont préparés selon un processus simple. Si le matériau à étudier se présente sous forme de poudre ou de rubans, par exemple issu d'un traitement de solidification rapide, un échantillon de la poudre ou de petits flocons peuvent être prélevé et placé directement

dans un creuset. Si le matériau en masse doit être étudié, des échantillons en forme de disque de taille appropriée peuvent être facilement obtenus, soit par poinçonnage à partir d'une plaque ou d'une feuille mince, soit par découpage (tranchage) à partir de cylindres usinés. Les tailles sont choisies de manière à ce que l'échantillon puisse s'adapter à la cavité cylindrique bordée de thermocouples qui est le porte-échantillon. Lors de l'utilisation d'un appareil DSC à compensation thermique, la masse totale de l'échantillon est petite et on utilise généralement un échantillon constitué d'un seul disque d'environ 0.5 à 2 mm d'épaisseur et de 3 à 8 mm de diamètre [57].

Dans la plupart des études colorimétriques, les effets de la préparation des échantillons sur les données ne sont pas concernés, et la facilité de préparation des échantillons à l'aide de diverses méthodes est considérée comme un avantage pour la méthode. Cependant, il est bien connu que le poinçonnage, le meulage, l'usinage et le découpage introduisent tous une déformation dans les alliages à base de Al, ce qui influence la précipitation dans la plupart des alliages à base de Al pouvant être traités à la chaleur en fournissant des sites pour la nucléation hétérogène et en annihilant les vides excessifs inutilisés [4, 31]. Les traitements à des températures relativement élevées peuvent provoquer une oxydation ou d'autres réactions de surface, ainsi que des pertes d'éléments d'alliage dans l'atmosphère ou dans les produits de réaction formés lors d'une réaction de surface. Pour les échantillons calorimétriques, l'épaisseur de l'échantillon détermine dans une large mesure, l'importance relative des

réactions de surface. La rugosité de la surface peut également jouer un rôle. Si l'un de ces effets a une influence significative sur les réactions survenant au cours d'une expérience de calorimétrie, la technique de préparation de l'échantillon entraînera des variations dans les données mesurées [49].

2.4.2 Correction de la référence en calorimétrie

Lors de l'analyse d'expériences de chauffage linéaire, la référence de la DSC doit être soigneusement considérée, car la référence est généralement fonction de la température et du temps [58]. L'importance de l'analyse de la référence peut être illustrée en traçant les courbes DSC mesurées en utilisant des substances inertes comme échantillon et référence ou en n'utilisant aucun échantillon et en répétant ces expériences sur une période prolongée (par exemple, plusieurs mois). Ce type de travail a été effectué par Zahra *et al.* [58] pour un système d'analyse thermique Perkin-Elmer série 1020, et des variations substantielles de la référence sur une période d'un an, ont été identifiées. Les réactions à l'état solide dans les alliages à base de Al provoquent généralement des effets thermiques relativement faibles; et ainsi les procédures de correction de la référence sont donc essentielles, et cette référence doit être vérifiée régulièrement pour ses réactions. Les réactions solide-liquide et liquide-solide, par contre, produiront généralement des flux de chaleur beaucoup plus importants et la correction de la référence est moins importante. Bien que la procédure de correction de la référence permette, dans de nombreux cas, de

corriger les variations de la référence, cette procédure n'est parfois pas suffisante pour corriger tous les effets parasites lorsque de très faibles effets thermiques sont étudiés.

Pour les réactions à l'état solide dans les alliages à base de Al, les effets thermiques dus aux réactions seront du même ordre de magnitude ou inférieurs aux effets thermiques dus à la différence de capacité thermique entre l'échantillon et la référence [49]. Ainsi, si les courbes DSC contenant principalement des réactions à l'état solide doivent être étudiées, une correction de l'effet thermique dû à la différence de capacité thermique devra être effectuée. En principe, les effets thermiques dus à la différence de capacité thermique de l'échantillon et de la référence peuvent être calculés sur la base des poids et d'une moyenne pondérée des capacités thermiques des éléments faisant partie de l'alliage. En pratique, toutefois, cette procédure fastidieuse est souvent évitée et les effets de la capacité thermique sont corrigés en conjonction avec la variabilité de la référence. Cela est possible parce que la capacité thermique de Al à l'état solide est, dans une bonne approximation, une fonction linéaire de la température. Par conséquent, si la référence de l'appareil DSC est une fonction linéaire de la température, l'effet combiné de la variabilité de la référence et de la capacité thermique est également une fonction linéaire et la correction des deux contributions au signal DSC peut être corrigée en soustrayant une fonction linéaire. Si deux températures bien espacées sur la courbe DSC ne provoquant aucune réaction peuvent être identifiées, la fonction de correction linéaire

est facilement obtenue. À moins qu'une réaction ne se produise immédiatement au début du cycle de DSC, l'un de ces points est souvent facilement défini comme le point où le DSC atteint pour la première fois une vitesse de chauffage stable, par exemple quelques dizaines de degrés au-delà du début du chauffage. Un deuxième point devra être pris au moment où la réaction est terminée. Si les lignes de base sont des fonctions polynomiales du second ordre, une procédure similaire peut être suivie, mais alors, il va falloir identifier trois sections où aucune réaction ne se produit. Hemminger *et al.* [59] ont présenté une étude de la construction de référence et de son influence sur les résultats DSC, laquelle donne la déduction détaillée et une preuve rigoureuse mathématiquement, concluant les différentes erreurs relatives pour différentes constructions de référence dans des modélisations de méthodes distinctes.

Bien qu'une détermination plus ou moins précise de la référence soit généralement possible, il convient de noter que les procédures laissent toujours une erreur résiduelle qui peut être négligeable ou significative par rapport aux effets qui sont mesurés. Des incertitudes concernant la position de la référence peuvent exister en particulier pour les matériaux dans lesquels des réactions se produisent sur l'ensemble de la courbe de DSC mesurée ou les matériaux dans lesquels les effets thermiques dus aux réactions sont faibles par rapport à la variabilité de la référence.

2.4.3 Études qualitatives

Pour l'analyse des réactions à l'état solide dans les alliages à base de Al pouvant être traités thermiquement, le meilleur équilibre de propriétés est obtenu si le traitement en solution est effectué de manière à ce qu'un maximum d'éléments d'alliage soit dissous sans qu'aucune fusion ne se produise. Par conséquent, le traitement en solution est effectué juste en dessous de la température de début de la fusion initiale. Dans les études sur l'homogénéisation et le traitement en solution d'alliages à base de Al pouvant être traités à la chaleur, la DSC est généralement la technique de choix. Dans ces études, la DSC est efficace car elle fournit une estimation rapide de la plage de température pour la dissolution des phases solubles, ainsi que la température initiale de fusion initiale.

La DSC est également largement utilisée pour étudier les réactions de précipitation dans des alliages à base de Al pouvant être traités à la chaleur. Des travaux antérieurs ont porté sur la sensibilité à la trempe des alliages durcis par précipitation [60-62], l'effet du (pré)vieillissement de la température ambiante et de la formation d'amas et de zones [63, 64], la zone affectée thermiquement dans les soudures [65], et influence du choc thermique sur précipitation [66]. Dans les études de précipitation utilisant l'analyse thermique, il convient de garder à l'esprit que les précipitations peuvent se produire avant, pendant et après l'expérience d'analyse thermique, d'où la mesure ne suit qu'une partie du processus étudié.

L'utilisation de la DSC pour la détermination de l'historique thermique d'un alliage traité thermiquement est également une application que l'on peut trouver dans le contrôle de la qualité des traitements de vieillissement, par exemple dans la vérification des traitements thermiques industriels, et dans ce cas l'application est parfois appelée prise d'empreintes digitales de DSC [67, 68]. Une autre application consiste à évaluer les traitements thermiques de telles pièces inaccessibles pour enregistrer l'historique de température subi.

2.4.4 Analyse quantitative

Lors de l'analyse DSC, une analyse quantitative est plus souvent effectuée pour caractériser la cinétique de la réaction. L'un des moyens les plus populaires de gérer la complexité des réactions activées thermiquement est d'émettre l'hypothèse que le taux de transformation au cours d'une réaction est le produit de deux fonctions, l'une dépendant de la température T et l'autre de la transformation de la fraction α . [69, 70].

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha)k(T) \quad (2)$$

La fonction dépendante de la température est généralement supposée suivre une dépendance de type Arrhenius

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (3)$$

Où E est l'énergie d'activation de la réaction et R est la constante des gaz. Pour

Eq. (2) et (3), la fonction $f(\alpha)$ et les constantes k_0 et E doivent être déterminées. Une gamme de fonctions standard représentant des modèles de réactions idéalisés particuliers a été proposée pour calculer la fonction $f(\alpha)$ [71], comme indiqué dans l'Annexe I. Après avoir sélectionné $f(\alpha)$ spécifique, le formalisme décrit par les deux équations ci-dessus décrit des types spécifiques de la cinétique de réaction. Par exemple, le formalisme peut incorporer la cinétique de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) pour

$$f(\alpha) = n[-\ln(1 - \alpha)]^{(n-1)/n}(1 - \alpha) \quad (4)$$

Dans ce concept, la description de l'avancement d'une réaction est réduite à la recherche de valeurs appropriées pour k_0 , E et $f(\alpha)$, appelé triplet cinétique.

De l'eq. (2) et (3), l'énergie d'activation E peut être obtenue par cette relation bien connue

$$\ln t_f = \frac{E}{RT_i} + C_1 \quad (5)$$

Où t_f est le temps nécessaire pour atteindre une certaine fraction transformée, et C_1 est une constante qui dépend du stade de la réaction et du modèle cinétique. Ainsi, E peut être obtenu à partir de deux expériences ou plus à différentes valeurs de T .

Toutes les méthodes fiables d'analyse de l'énergie d'activation pour les expériences de chauffage linéaire nécessitent la détermination des températures

$T_f(\beta)$, qui font référence à la température à la fraction transformée spécifiée avec une certaine vitesse de chauffage, à laquelle un stade équivalent de la réaction est obtenu pour diverses vitesses de chauffage [72, 73], appelées méthodes d'iso conversion. Le stade équivalent, également appelé stade constant ou fixe, peut être défini comme le stade auquel un montant fixe est transformé, ou auquel une fraction fixe du montant total est transformée. Les méthodes d'iso conversion peuvent être classées dans l'un des deux principaux groupes de méthodes [73]. Un ensemble de méthodes, cependant, ne fait aucune approximation mathématique, mais requiert le taux de transformation en $T_f(\beta)$ ainsi que des données sur $T_f(\beta)$. Ces méthodes sont appelées méthodes d'isoconversion de type A ou méthodes de Friedman, d'après le chercheur qui en est le premier à le dériver [74]. L'autre ensemble de méthodes repose sur l'approximation de l'intégrale de température $p(y)$ et requiert des données sur $T_f(\beta)$ uniquement. Cette deuxième série de méthodes comprend la méthode Flynn-Wall-Ozawa [75], la méthode Kissinger [76] et la méthode Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) [77]. Ces méthodes ont été appelées méthodes d'iso conversion de type B [73]. L'approximation de l'intégrale de température, qui est la clé de ces méthodes, est illustrée ici en considérant la dérivation de la méthode KAS. Dans cette dérivation, Eq. (3) est inséré dans Eq. (2) et cela est intégré par séparation des variables

$$\int_0^\alpha \frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \frac{k_0}{\beta} \int_0^{T_f} \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) dT = \frac{RE}{\beta k_B} \int_{y_f}^\infty \frac{\exp(-y)}{y^2} dy \quad (6)$$

Où T_f est la température dans un état de transformation équivalent fixe, et β est la vitesse de chauffage correspondante. En utilisant l'approximation de Murray et White [78] pour $p(y)$ montrée ci-dessous Eq. (7), puis donne Eq. (8)

$$p(y) \cong \frac{\exp(-y)}{y^2} \quad (7)$$

$$\ln \int_0^\alpha \frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \ln \frac{k_0 E}{R} + \ln \frac{1}{\beta y_f^2} - y_f \quad (8)$$

A fraction transformée constante, cela conduit à Eq. (9)

$$\ln \frac{\beta}{T_f^2} = -\frac{E}{RT_f} + C_2 \quad (9)$$

Où C_2 est un paramètre indépendant de T et β . Selon Eq. (9), les tracés de $\ln(T_f^2/\beta)$ par rapport à $1/T_f$ devraient donner des lignes droites, la pente des lignes droites étant égale à E/R . Ceci est la base de l'équation KAS. Le modèle peut en outre être appliqué au taux maximal, et ce modèle d'iso conversion est appelé méthode de Kissinger. Il a été montré [79] que l'analyse KAS fait partie d'un groupe de méthodes pouvant être décrites par l'équation généralisée

$$\ln \frac{\beta}{T_f^\kappa} = -\frac{E_a}{RT_f} + C_3 \quad (10)$$

Où C_3 est aussi un paramètre indépendant de T et β . Pour les températures et les énergies d'activation couramment rencontrées dans les réactions à l'état solide, $\kappa =$

1.95 donne la meilleure précision de détermination de l'énergie d'activation à partir d'un graphique $\ln(T_f^K/\beta)$ par rapport à $1/T_f$.

2.4.5 Réponses DSC

La technique DSC a été largement utilisée pour tester les réactions à l'état solide dans les alliages à base de Al

Lloyd *et al.* [67] ont étudié les réactions de précipitation et les réponses DSC de l'alliage AA6111 en se concentrant principalement sur l'analyse DSC pour différents états de traitement thermique, par exemple les états d'extinction, les états de vieillissement naturel / artificiel et le traitement de cuisson au four. Les liens ont été établis entre la précipitation et la réponse de durcissement par vieillissement. L'étude est utile dans ce sujet pour comprendre que la DSC est efficace pour fournir un moyen de surveiller les réactions de précipitation et de relever les empreintes digitales du stade de précipitation dans l'alliage, ainsi que sa réaction de durcissement au vieillissement subséquent au traitement thermique qui vont suivre.

Yassar *et al.* [51] ont étudié les effets de la déformation à froid sur la cinétique des précipités de β'' -Mg₂Si dans les alliages AA6022 par l'analyse DSC et ensuite après avoir étudié l'évolution des réactions de précipitation, ils ont découvert que les précipités de β'' étaient remplacés par β' et Q' dans les échantillons pré déformés, et que à des températures plus élevées, seuls les précipités Q' sont présents dans la

microstructure des échantillons pré déformés.

Chang *et al.* [80] ont trouvé trois réactions en groupes se déroulant en deux stades lors d'une enquête par DSC à basse température, dans lesquelles les deux premières sont liées entre elles avec un effet défavorable du pré-vieillissement à la température ambiante et la troisième montre une modification de l'énergie d'activation au cours du vieillissement à la température ambiante montrant un fort décalage de la position du pic du signal thermique.

D'autres études colorimétriques [53, 54, 81] ont principalement porté sur les effets des différentes compositions d'éléments sur les caractéristiques de précipitation et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium.

Elgallad *et al.* [82] ont étudié l'effet de différentes méthodes de trempe sur la cinétique de précipitation dans les alliages d'aluminium de coulée DC AA2219 en utilisant les techniques DSC pour déterminer la cinétique de précipitation de sa phase de renforcement principale θ' en utilisant la modélisation de la méthode KAS, qui a aidé à générer des idées pour la sujet actuel sur les aspects de la quantification de la cinétique de précipitation.

2.5 Sommaire

En général, un grand nombre de recherches ont utilisé la technique DSC comme outil pour étudier les processus de précipitation correspondants dans des alliages

d'aluminium traités thermiquement. Quelques autres recherches ont atteint un niveau plus profond d'exploration du champ des empreintes digitales DSC ou de la cinétique de précipitation. Cependant, un travail systématique a été effectué. Par conséquent, il est nécessaire de mener de telles recherches pour attirer l'attention sur l'étude des empreintes digitales DSC, qui pourront être utilisées à l'avenir par des applications pratiques.

Références

- [1] Abdel-Jaber, G., et al., *An investigation into solidification and mechanical properties behavior of Al-Si casting alloys*. 2010.
- [2] Wu, Y., et al., *Effect of Si Content on Dynamic Recrystallization of Al-Si-Mg Alloys During Hot Extrusion*. Journal of Materials Science & Technology, 2014. **30**(12): p. 1271-1277.
- [3] Wang, Y., et al., *Effect of Si content on microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys*. Materials & Design, 2014. **53**: p. 634-638.
- [4] Mondolfo, L., *Aluminum alloys: structure and properties*. London-Boston: Butter Worths & Co Ltd, 1976.
- [5] Davis, J. R., *Corrosion of aluminum and aluminum alloys*. 1999: Asm International.
- [6] Totten, G. E. and MacKenzie, D. S., *Handbook of aluminum: vol. 1: physical metallurgy and processes*. Vol. 1. 2003: CRC press.
- [7] Huskins, E. L., Cao, B., and Ramesh, K. T., *Strengthening mechanisms in an Al-Mg alloy*. Materials Science and Engineering: A, 2010. **527**(6): p. 1292-1298.
- [8] Ryen, Ø., et al., *Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys*.

- Metallurgical and Materials Transactions A, 2006. **37**(6): p. 1999-2006.
- [9] Nunes, R., *ASM Handbook volume 2: properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*. 1990.
- [10] E. Totten, G., *Handbook of aluminum*. 2003.
- [11] Murali, S., Raman, K. S., and Murthy, K. S. S., *Effect of magnesium, iron (impurity) and solidification rates on the fracture toughness of Al-7Si-0.3Mg casting alloy*. Materials Science and Engineering: A, 1992. **151**(1): p. 1-10.
- [12] Kashyap, K. T., et al., *Casting and heat treatment variables of Al-7Si-Mg alloy*. Materials Science and Technology, 1993. **9**(3): p. 189-204.
- [13] Joenoes, A. T. and Gruzleski, J. E., *Magnesium Effects on the Microstructure of Unmodified and Modified Al-Si Alloys*. Cast Metals, 1991. **4**(2): p. 62-71.
- [14] Fortini, A., et al., *On the influence of Mn and Mg additions on tensile properties, microstructure and quality index of the A356 aluminum foundry alloy*. Procedia Structural Integrity, 2016. **2**: p. 2238-2245.
- [15] Yıldırım, M. and Özyürek, D., *The effects of Mg amount on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys*. Materials & Design, 2013. **51**: p. 767-774.
- [16] Ibrahim, M. F., et al., *Metallurgical parameters controlling the microstructure and hardness of Al-Si-Cu-Mg base alloys*. Materials & Design, 2011. **32**(4): p. 2130-2142.
- [17] Aguilera-Luna, I., et al., *Effect of cooling rate and Mg content on the Al-Si eutectic for Al-Si-Cu-Mg alloys*. Materials Characterization, 2014. **95**: p. 211-218.
- [18] Samuel, F. H., *Incipient melting of Al₅Mg₈Si₆Cu₂ and Al₂Cu intermetallics in unmodified and strontium-modified Al-Si-Cu-Mg (319) alloys during solution heat treatment*. Journal of Materials Science, 1998. **33**(9): p. 2283-

- 2297.
- [19] Shabestari, S. G. and Moemeni, H., *Effect of copper and solidification conditions on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg alloys*. Journal of Materials Processing Technology, 2004. **153-154**: p. 193-198.
 - [20] Bourgeois, L., et al., *Structure and energetics of the coherent interface between the θ' precipitate phase and aluminium in Al–Cu*. Acta Materialia, 2011. **59**(18): p. 7043-7050.
 - [21] Wang, X., Esmaeili, S., and Lloyd, D. J., *The sequence of precipitation in the Al–Mg–Si–Cu alloy AA6111*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2006. **37**(9): p. 2691-2699.
 - [22] Marioara, C. D., et al., *The effect of Cu on precipitation in Al–Mg–Si alloys*. Philosophical Magazine, 2007. **87**(23): p. 3385-3413.
 - [23] Marioara, C. D., et al., *Improving Thermal Stability in Cu-Containing Al–Mg–Si Alloys by Precipitate Optimization*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2014. **45**(7): p. 2938-2949.
 - [24] Man, J., Jing, L., and Jie, S. G., *The effects of Cu addition on the microstructure and thermal stability of an Al–Mg–Si alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2007. **437**(1): p. 146-150.
 - [25] Liao, Y.-g., et al., *Influence of Cu on microstructure and tensile properties of 7XXX series aluminum alloy*. Materials & Design, 2015. **66**: p. 581-586.
 - [26] Gloria, D., et al. *Dimensional Changes During Heat Treating of an Automotive 319 Alloy*. in *20th ASM Heat Treating Society Conference Proceedings*. 2000.
 - [27] Shivkumar, S., Keller, C., and Apelian, D., *Aging behavior in cast Al–Si–Mg alloys*. AFS Transactions, 1990. **98**: p. 905-911.
 - [28] Apelian, D., Shivkumar, S., and Sigworth, G., *Fundamental aspects of heat*

- treatment of cast Al-Si-Mg alloys*. AFS transactions, 1989. **97**: p. 727-742.
- [29] Vissers, R., et al., *The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys*. Acta Materialia, 2007. **55**(11): p. 3815-3823.
- [30] van Huis, M. A., et al., *Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in Al-Mg-Si alloys in the early stages of evolution*. Acta Materialia, 2007. **55**(6): p. 2183-2199.
- [31] Polmear, I., *Light alloys: from traditional alloys to nanocrystals*. 2005: Elsevier.
- [32] Andersen, S. J., et al., *The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys*. Acta Materialia, 1998. **46**(9): p. 3283-3298.
- [33] Edwards, G. A., et al., *The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys*. Acta Materialia, 1998. **46**(11): p. 3893-3904.
- [34] Jacobs, M. H., *The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy*. The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, 1972. **26**(1): p. 1-13.
- [35] Lodgaard, L. and Ryum, N., *Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **283**(1): p. 144-152.
- [36] Hirasawa, H., *Precipitation process of Al-Mn and Al-Cr supersaturated solid solution in presence of age hardening phases*. Scripta Metallurgica, 1975. **9**(9): p. 955-958.
- [37] Li, Z., Zhang, Z., and Chen, X.-G., *Effect of Metastable Mg_2Si and Dislocations on α -Al(MnFe)Si Dispersoid Formation in Al-Mn-Mg Alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2018. **49**(11): p. 5799-5814.
- [38] Yanagihara, E., et al., *Precipitation Structure of Al-10 mass%Si-0.3 mass%Mg Alloy Produced by High Pressure Die*

- Casting and Permanent Mold Casting with T5 Treatment*. MATERIALS TRANSACTIONS, 2015. **56**(7): p. 1112-1119.
- [39] Ardell, A. J., *Precipitation hardening*. Metallurgical Transactions A, 1985. **16**(12): p. 2131-2165.
- [40] Zanada, A. and Riontino, G., *A Comparative Study of the Precipitation Sequences in Two AlSi7Mg Casting Alloys and their Composites Reinforced by 20 % Al₂O₃ Discontinuous Fibres*. Materials Science Forum, 2000. **331-337**: p. 229-234.
- [41] Li, R. X., et al., *Age-hardening behavior of cast Al–Si base alloy*. Materials Letters, 2004. **58**(15): p. 2096-2101.
- [42] Jiang, D.-S., Chen, L.-H., and Lui, T.-S., *Effect of Aging on the Crack Propagation Behavior of A356 Alloy under Resonant Vibration*. Materials Transactions, JIM, 2000. **41**(4): p. 499-506.
- [43] Han, S.-W., et al., *Effects of solidification structure and aging condition on cyclic stress–strain response in Al–7% Si–0.4% Mg cast alloys*. Materials Science and Engineering: A, 2002. **337**(1): p. 170-178.
- [44] Porter, D. and Easterling, K., *Phase transformations in metals and alloys*, van nostrnad reinhold co. Ltd., UK, 1991. **204**.
- [45] Smith, W., *Structure and Properties of Engineering Alloys* McGraw. 1981, Hill Publishing Co.
- [46] Sjölander, E. and Seifeddine, S., *The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys*. Journal of Materials Processing Technology, 2010. **210**(10): p. 1249-1259.
- [47] Shivkumar, S., et al., *Effect of solution treatment parameters on tensile properties of cast aluminum alloys*. Journal of Heat Treating, 1990. **8**(1): p. 63-70.
- [48] Beroual, S., et al., *Effects of heat treatment and addition of small amounts of*

- Cu and Mg on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu and Al-Si-Mg cast alloys*. Journal of Alloys and Compounds, 2019. **784**: p. 1026-1035.
- [49] Starink, M. J., *Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics*. International Materials Reviews, 2004. **49**(3-4): p. 191-226.
- [50] Jin, P., et al., *Effect of solution temperature on aging behavior and properties of SiCp/Al-Cu-Mg composites*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(3): p. 1504-1511.
- [51] Yassar, R. S., Field, D. P., and Weiland, H., *The effect of predeformation on the β'' and β' precipitates and the role of Q' phase in an Al-Mg-Si alloy; AA6022*. Scripta Materialia, 2005. **53**(3): p. 299-303.
- [52] Farkoosh, A. R. and Pekguleryuz, M., *Enhanced mechanical properties of an Al-Si-Cu-Mg alloy at 300°C: Effects of Mg and the Q-precipitate phase*. Materials Science and Engineering: A, 2015. **621**: p. 277-286.
- [53] Gaber, A., et al., *Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg₂Si-0.35 Si and Al-1.07 Mg₂Si-0.33 Cu alloys*. Journal of Alloys and Compounds, 2007. **429**(1): p. 167-175.
- [54] Chen, Z.-w., Tang, M.-j., and Zhao, K., *Effect of rare earth samarium addition on the kinetics of precipitation in Al-Cu-Mn casting alloy*. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2014. **21**(2): p. 155-161.
- [55] Kurtz, S., et al., *Systematic Materials Analysis*. Vol. IV, 1978: p. 269-342.
- [56] Michaelsen, C., Barmak, K., and Weihs, T. P., *Investigating the thermodynamics and kinetics of thin film reactions by differential scanning calorimetry*. Journal of Physics D: Applied Physics, 1997. **30**(23): p. 3167-3186.
- [57] Smith, G. W., *A method for determination of Avrami parameters directly from*

- isothermal calorimetry data*. *Thermochimica Acta*, 1997. **291**(1): p. 59-64.
- [58] Zahra, C. Y. and Zahra, A. M., *The Perkin-Elmer 1020 series thermal analysis system*. *Thermochimica Acta*, 1996. **276**: p. 161-174.
- [59] Hemminger, W. and Sarge, S., *The baseline construction and its influence on the measurement of heat with differential scanning calorimeters*. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 1991. **37**(7): p. 1455-1477.
- [60] Oguocha, I. N. A., Radjabi, M., and Yannacopoulos, S., *The effect of cooling rate on the quench sensitivity of 2618 Al/Al₂O₃ MMC*. *Journal of Materials Science*, 2000. **35**(22): p. 5629-5634.
- [61] Rometscht, P. A. and Schaffer, G. B., *Quench modelling of Al-7Si-Mg casting alloys*. *International Journal of Cast Metals Research*, 2000. **12**(6): p. 431-439.
- [62] Ber, L. B. and Davydov, V. G., *Influence of the Ageing Realization Scheme on the Phase Transformations and Properties of Commercial Aluminium Alloys*. *Materials Science Forum*, 2002. **396-402**: p. 983-988.
- [63] Balderach, D. C., et al., *The paint-bake response of three Al-Mg-Zn alloys*. *Materials Science and Engineering: A*, 2003. **339**(1): p. 194-204.
- [64] Abis, S., et al., *Early ageing mechanisms in a high-copper AlCuMg alloy*. *Scripta Materialia*, 2001. **45**(6): p. 685-691.
- [65] Booth, D. P. P., Starink, M. J., and Sinclair, I., *Analysis of local microstructure and hardness of 13 mm gauge 2024-T351 AA friction stir welds*. *Materials Science and Technology*, 2007. **23**(3): p. 276-284.
- [66] Oguocha, I. N. A., Radjabi, M., and Yannacopoulos, S., *Thermal Shock Behaviour of Particle Reinforced 2618 Al/Al₂O₃ MMC*. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2001. **40**(2): p. 245-254.
- [67] Lloyd, D. J., Evans, D. R., and Gupta, A. K., *Precipitation Reactions and the Differential Scanning Calorimetry Response of AA6111 Alloy*. *Canadian*

- Metallurgical Quarterly, 2000. **39**(4): p. 475-482.
- [68] Papazian, J. M., *A calorimetric study of precipitation in aluminum alloy 2219*. Metallurgical Transactions A, 1981. **12**(2): p. 269-280.
- [69] Prout, E. G. and Tompkins, F. C., *The thermal decomposition of silver permanganate*. Transactions of the Faraday Society, 1946. **42**(0): p. 468-472.
- [70] Šesták, J. and Berggren, G., *Study of the kinetics of the mechanism of solid-state reactions at increasing temperatures*. Thermochimica Acta, 1971. **3**(1): p. 1-12.
- [71] Galwey, A. K. and Brown, M. E., *Handbook of thermal analysis and calorimetry*. Vol. 1. 1998: Elsevier.
- [72] Ortega, A., *The kinetics of solid-state reactions toward consensus, Part 2: Fitting kinetics data in dynamic conventional thermal analysis*. International Journal of Chemical Kinetics, 2002. **34**(3): p. 193-208.
- [73] Starink, M. J., *The determination of activation energy from linear heating rate experiments: a comparison of the accuracy of isoconversion methods*. Thermochimica Acta, 2003. **404**(1): p. 163-176.
- [74] Friedman, H. L., *Kinetics of thermal degradation of char-forming plastics from thermogravimetry. Application to a phenolic plastic*. Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, 1964. **6**(1): p. 183-195.
- [75] Ozawa, T., *Estimation of activation energy by isoconversion methods*. Thermochimica Acta, 1992. **203**: p. 159-165.
- [76] Kissinger, H. E., *Variation of peak temperature with heating rate in differential thermal analysis*. Journal of research of the National Bureau of Standards, 1956. **57**(4): p. 217-221.
- [77] Mittemeijer, E. J., *Analysis of the kinetics of phase transformations*. Journal of Materials Science, 1992. **27**(15): p. 3977-3987.
- [78] Murray, P. and White, J., *Kinetics of the thermal dehydration of clays. Part*

IV. Interpretation of the differential thermal analysis of the clay minerals.

Trans Br Ceram Soc, 1955. **54**: p. 204-38.

- [79] Zhou, F., et al., *Microstructural evolution during recovery and recrystallization of a nanocrystalline Al-Mg alloy prepared by cryogenic ball milling*. Acta Materialia, 2003. **51**(10): p. 2777-2791.
- [80] Chang, C. S. T. and Banhart, J., *Low-Temperature Differential Scanning Calorimetry of an Al-Mg-Si Alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011. **42**(7): p. 1960-1964.
- [81] Ohmori, Y., et al., *Ageing Processes in Al-Mg-Si Alloys during Continuous Heating*. MATERIALS TRANSACTIONS, 2002. **43**(2): p. 246-255.
- [82] Elgallad, E. M., Zhang, Z., and Chen, X. G., *Effect of quenching rate on precipitation kinetics in AA2219 DC cast alloy*. Physica B: Condensed Matter, 2017. **514**: p. 70-77.

CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

3.1 Matériaux et Traitements Thermiques

3.1.1 Alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn

L'alliage AlSi10Mg0.3Mn a été fourni sous forme de plaques de 220×65×3 mm produites par le moulage sous vide à haute pression (HPVDC) de Rio Tinto Aluminium. La composition chimique de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn étudié est indiquée dans le tableau 3-1.

Table 3-1 Composition chimique (wt.%) de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn.

Si	Mg	Mn	Fe	Ti	Sr	V	Al
10.63	0.315	0.53	0.17	0.05	0.014	0.0121	Bal.

Tous les traitements thermiques ont été traités dans un four électrique à air pulsé. D'une part, pour les traitements en solution, qui étaient séparés en deux types différents, l'un était à 460 °C pendant 1 heure, marquée comme solution partielle, et l'autre était effectué à 500 °C pendant 1 heure, défini comme solution complète. Tous les deux ont été suivis d'une trempe rapide à l'air à la température ambiante à l'aide d'un grand ventilateur, avec une vitesse de refroidissement moyenne d'environ 10 °C/s. Pendant ce temps, les traitements de vieillissement ont été traités à 185 °C pendant 4 heures sur les fabriqués (trempe F) et sur solution partielle/complète, définis comme T5 et T6-p/T6-f, respectivement. En outre, le traitement de

survieillissement a été appliqué à 220 °C pendant 4 heures après le traitement en solution partielle et complète, défini comme T7-p/T7-f. Les conditions ont été résumées à la figure 3-1.

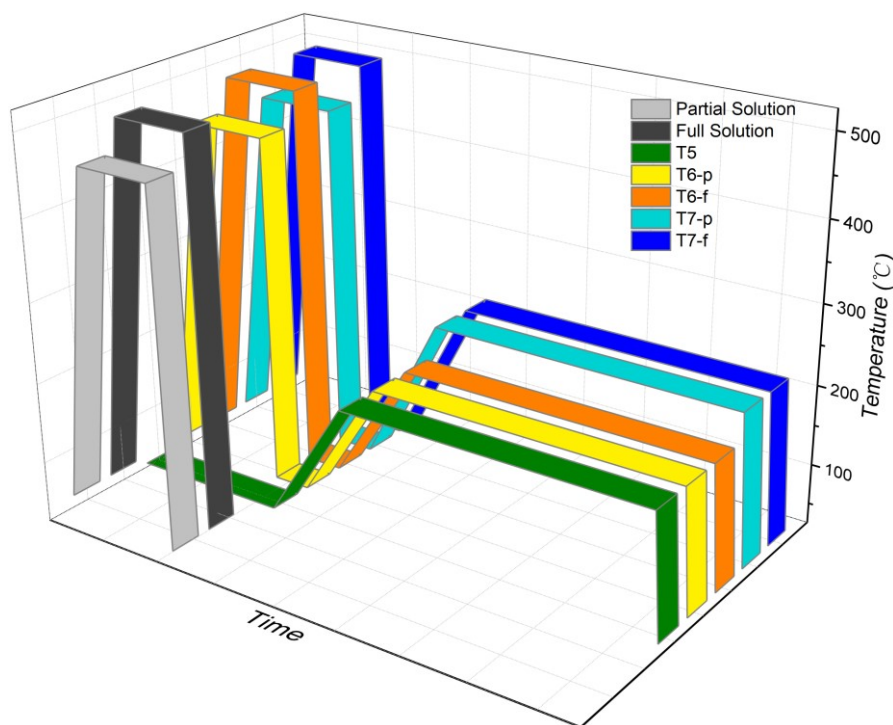


Figure 3-1 Schéma de principe des traitements thermiques appliqués aux alliages AlSi10Mg0.3Mn HPVDC.

3.1.2 Alliage de coulée PM Al-Si-Mg-Cu 319

L'alliage Al-Si-Mg-Cu 319 coulé de moulage permanent (PM) a été fourni sous forme d'un échantillon cylindrique $\phi 21 \times 200$ mm de l'Université Laval. La composition chimique de l'alliage 319 est indiquée dans le tableau 3-2.

Table 3-2 Composition chimique (wt.%) de l'alliage coulé 319.

Si	Cu	Mg	Mn	Fe	Ti	Sr	Zr	V	Al
7	3.5	0.15	0.15	0.1	0.1	0.015	0.1	0.1	Bal.

Les traitements thermiques ont été procédés dans un four électrique à air pulsé.

Le traitement en solution a été effectué à 505 °C pendant 4 heures avec une vitesse de chauffage de 8.5 °C/min, suivi d'une trempe à l'eau à la température ambiante. Pour les traitements de vieillissement, ils ont été procédés à 180 °C pendant 5 heures avec une vitesse de chauffage de 100 °C/h, à la fois à l'état coulé et de solution à l'état traité, nommé T5 et T6. De plus, un traitement de survieillissement (trempe T7) a été réalisé à 200 °C pendant 5 heures avec une vitesse de chauffage de 100 °C/h. Toutes les conditions sont illustrées dans la figure 3-2.

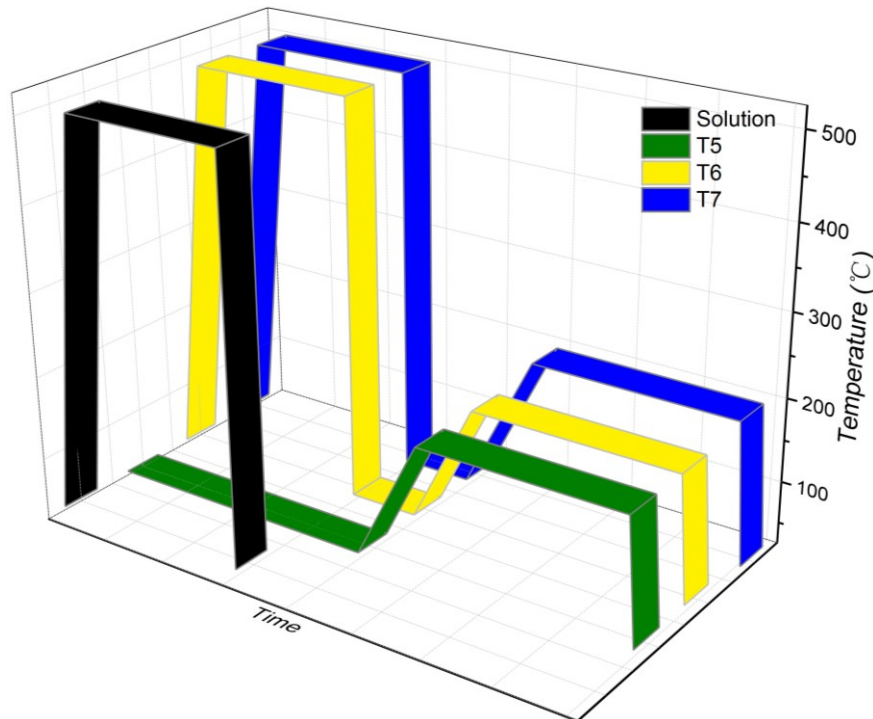


Figure 3-2 Diagramme schématisant des traitements thermiques appliqués à l'alliage coulé 319.

3.1.3 Alliage extrudé Al-Si-Mg 6082

L'alliage extrudé 6082 a été fourni sous forme de feuille de 915×42×3 mm après le processus d'extrusion de Rio Tinto Aluminium. La composition chimique de

l'alliage extrudé 6082 étudié est répertoriée dans le tableau 3-3.

Table 3-3 Composition chimique (wt.%) de l'alliage extrudé 6082.

Si	Mg	Mn	Fe	Cr	Al
0.9	0.7	0.5	0.2	0.1	Bal.

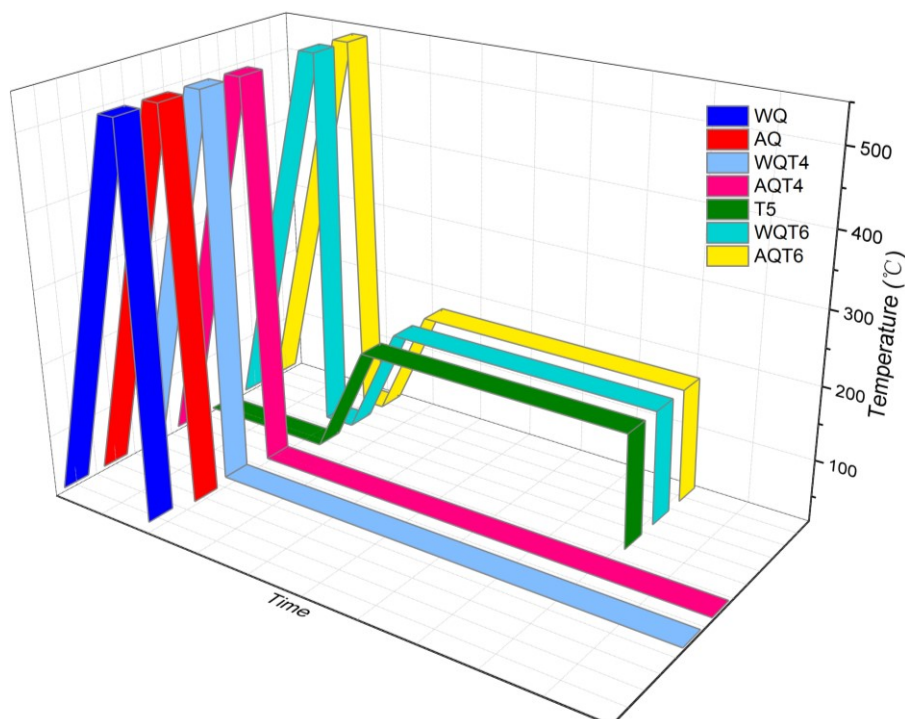


Figure 3-3 Diagramme schématisant des traitements thermiques appliqués à l'alliage extrudé 6082.

Pour l'alliage 6082, le traitement thermique en solution a été procédé à 540 °C pendant 30 minutes, avec une vitesse de chauffage de 200 °C/h. Deux méthodes de refroidissement, une trempe à l'eau (WQ) et une trempe à l'air (AQ) ont été appliquées sur l'échantillon traité en solution. Pour les traitements de vieillissement, le vieillissement naturel (T4) a été appliqué à l'échantillon à la température ambiante pendant 1, 7, 14, 21 et 28 jours, tandis que le vieillissement artificiel a été réalisé à

175 °C pendant 8 heures sur l'extrudée et conditions de traitement en solution définies comme T5 et T6, respectivement. La figure 3-3 montre les conditions appliquées à l'alliage 6082.

En général, diverses trempes sont appliqués sur différents alliages étudiés, y compris le «F», le «SHT», le «T4», le «T5», le «T6» et le «T7»; en fonction des applications de l'alliage étudié, décrites dans le tableau 3-4. ci-dessous.

Table 3-4 Différentes trempes appliqués dans les alliages expérimentaux.

Trempe	Alliages		
	AlSi10Mg0.3Mn	319	6082
F	Plaque HPVDC	lingot coulé MP	Feuille extrudée
Traitement en Solution (SHT)	460°C/1h; 500°C/1h	505°C/4h	540°C/0.5h
T4	N/A	N/A	SHT+1, 7 à 28 jours dans la température ambiante
T5	185°C/4h	180°C/5h	175°C/8h
T6	SHT+185°C/4h	SHT+WQ+180°C/5h	SHT+175°C/8h
T7	SHT+220°C/4h	SHT+WQ+200°C/5h	N/A

Note: "WQ" pour "trempe à eau"
 "F" pour conditions reçues

3.2 Performance DSC

Une analyse DSC non isotherme a été réalisée avec l'équipement de calorimètre différentielle à balayage informatisé de Perkin-Elmer DSC8000. Tous les échantillons ont été fabriqués à partir de la plaque pour l'analyse DSC. Le poids de chaque échantillon était d'environ 20 à 30 mg. Une atmosphère protectrice de gaz d'argon pur a été utilisée, avec un débit de gaz d'environ 60 mL/min. La température

d'essai a été réglée de 50 °C à 550 °C et la vitesse de chauffage de 10 °C/min a été réalisée dans toutes les conditions de trois alliages expérimentaux. Afin d'étudier la cinétique de précipitation, deux vitesses de chauffage supplémentaires de 20 °C/min et de 30 °C/min ont été appliquées sur l'alliage AlSi10Mg0.3Mn. Pour chaque condition, au moins 3 échantillons ont été testés pour obtenir des résultats fiables. Pour chaque essai normal, l'échantillon DSC a été placé dans le creuset d'échantillon tandis qu'un morceau d'aluminium de haute pureté ayant à peu près le même poids était placé dans le creuset de référence. Afin de calibrer la référence de la machine, deux pièces d'aluminium ayant à peu près le même poids, ont été placées dans des creusets d'échantillon et de référence, respectivement, et ont été testées dans les mêmes conditions que le test de balayage d'échantillon. Le processus de normalisation de chaque courbe DSC est toutefois acquis suivant plusieurs autres étapes encore. Pour obtenir les données de thermo-gramme corrigées en fonction de la référence, les courbes d'échantillonnage sont tout d'abord utilisées pour soustraire les courbes de référence calibrées, comme illustré dans la figure 3-4(a). Après cela, les courbes soustraites sont effectuées et corrigées avec la référence calculée avec une fonction polynomiale ou a Gaussien conformément à [53], comme illustré à la figure 3-4(b). Cette étape s'appelle la correction de l'effet thermique. Finalement, les courbes normalisées sont acquises en divisant la masse des échantillons testés, qui sont montrés à la figure 3-4(c) et (d). Ainsi, les résultats requis ont été obtenus, qui

respectent le processus standard de normalisation.

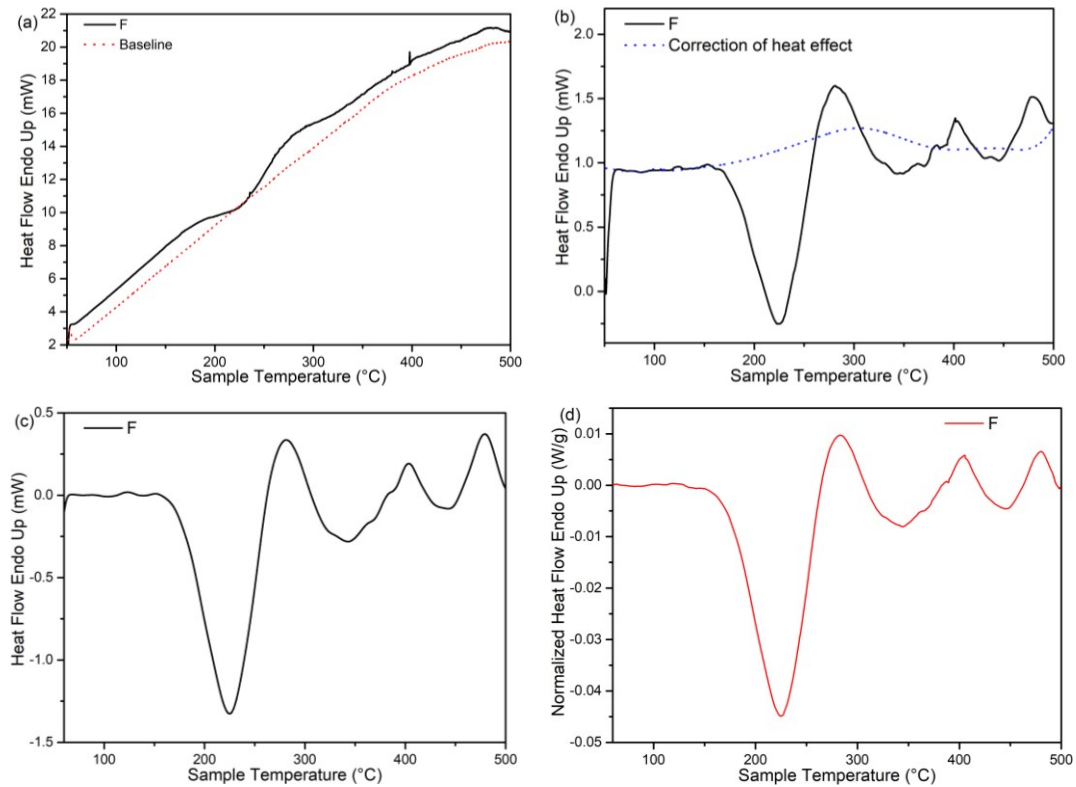


Figure 3-4 Processus de description de la normalisation pour l'échantillon AlSi10Mg0.3Mn et la référence avec la vitesse de chauffage de 10 K/min (a) soustraction de référence, (b) correction de l'effet thermique, (c) normalisation et (d) courbe finale.

Pour les courbes, plusieurs paramètres peuvent être reconnus en tant que caractérisations principales de chaque pic dans les résultats DSC, inclus, mais sans se limiter au début, au pic aux températures finales, aux hauteurs de pic et toutes les zones de pic. La cinétique de précipitation est étudiée systématiquement en calculant l'évolution des paramètres cinétiques de base, y compris les fractions transformées α et l'énergie d'activation E , selon la méthode et les équations décrites en 2.4.4, telles que Eq.(9) et (10).

3.3 Observations de la Microstructure et Évaluations des Propriétés

3.3.1 Préparation de la métallographie

Tous les échantillons métallographiques pour l'observation de la microstructure sont découpés mécaniquement des matériaux fournis à l'origine. Les échantillons sont montés dans une charge de poudre de graphite conductrice. Après le montage, les échantillons sont broyés à l'aide d'une série de papiers de verre SiC portant respectivement le numéro #120, #240, #320, #600 avec le lubrifiant à base d'eau. Après cela, les échantillons sont respectivement polis avec une pâte de composé de diamant de 6 μm et 1 μm avec le lubrifiant de diluant de diamant. Et la dernière étape du polissage est traitée à l'aide de la suspension de silice colloïdale sur un tampon de soie et de la chasse d'eau à la fin.

3.3.2 Analyse de la microstructure

Un microscope optique (MO) informatisé Nikon Eclipse ME600, équipé d'un système d'analyse d'images de CLEMEX VISION PE 4.0, est utilisé pour observer la microstructure des échantillons, y compris les différents intermétalliques, ainsi que leur évolution au cours de divers traitements thermiques. Un microscope électronique à transmission (MET) de JOEL JEM-2100 équipé d'une spectroscopie à dispersion d'énergie (SDE) est également utilisé pour l'observation en détail des précipités à une

tension d'accélération de 200 kV, et le faisceau de courant est d'environ 112 μ A. Les échantillons de MET sont préparés dans une polisseuse électrolytique à double jet en utilisant une solution d'acide nitrique à 25% dissolue dans du méthanol à la température environ -20 °C pendant 1.5 minute.

La densité numérique des précipitations est mesurée par analyse par imagerie CLEMEX VISION PE 4.0 sur les images MET. Selon la méthode de quantification recherchée par Sunde *et al.* [1] et Andersen [2], la densité en nombre des précipitées ρ peut être calculée en tant que Eq. (11),

$$\rho = \frac{3N_{\parallel}}{A(\tau + \langle l \rangle)} \quad (11)$$

Où N_{\parallel} est le nombre de sections transversales de précipité dans la zone imagée, A ; tandis que τ est l'épaisseur de surface mesurée de la diffraction électronique en faisceau convergent (DEFC) [3-8], et $\langle l \rangle$ est la longueur moyenne de l'aiguille. Le facteur 3 représente les trois directions équivalentes de $\langle 100 \rangle_{Al}$ dans lesquelles les aiguilles grandissent, supposant donc une distribution isotrope. Et la longueur réelle des précipités est corrigée suivie de la série de fonctions [2]:

$$l = \frac{\lambda(\tau - \Delta)}{\tau + \Delta} + \lambda_{\text{CUT}} \frac{2\Delta}{\tau + \Delta} = \frac{\lambda}{1 + \frac{5\lambda}{2\tau} \tan \varphi \cos \theta} \quad (12)$$

$$\Delta(\theta) = \lambda_M \cos \theta \tan \varphi \quad (13)$$

$$\xi = \frac{l}{\lambda} = \frac{2av}{-b - \sqrt{b^2 - 4ac}} \quad (14)$$

$$v = l/\tau \quad (15)$$

$$a = 25(\tan \varphi)^2 \sin \theta \cos \theta - \frac{5}{\nu} \tan \varphi (\cos \theta + \sin \theta) \quad (16)$$

$$b = 10 \tan \varphi (\cos \theta + \sin \theta) - \frac{4}{\nu} \quad (17)$$

Où λ est la longueur réelle des précipités, l est la longueur moyenne observée, θ est l'angle de rotation entre la ligne d'intersection du plan d'habitude de l'aiguille (001) et la surface du spécimen en MET, φ est l'angle d'inclinaison par rapport à une direction de $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ -orientation de l'axe de la zone dans MET. Et comme la longueur observée l , l'épaisseur de l'échantillon t , l'angle de rotation θ et l'angle d'inclinaison φ sont fixes, ensuite la longueur réelle λ peut être déterminée par le tracé de ξ - ν and $\lambda = l/\xi$.

3.3.3 Tests de micro dureté

Les tests de micro dureté ont été effectués sur la machine de test CCD NEXTGEN NG-1000 informatisée sur la surface des échantillons polis. Selon la norme ASTM: E92 [9], un temps de maintien de 15 secondes a été choisi lors des tests. Une charge de 10 g de force a été choisie pour l'alliage AlSi10Mg0.3Mn en raison de sa structure à grains fins, tandis qu'une 25 g de force a été utilisée pour les deux autres alliages. Pour la procédure de test, après 12 points testés sur chaque échantillon, les valeurs maximale et minimale seraient éliminées, puis les 10 valeurs de micro dureté restantes seraient calculées pour les résultats de micro dureté moyens.

3.3.4 Tests de conductivité électrique

Les tests de conductivité électrique (EC) sont effectués sur l'instrument de mesure de conductivité électrique Sigmascope SMP10. Selon la norme ASTM: E1004 [10], tous les tests sont effectués sur la surface d'échantillons à la même température afin de garantir l'absence d'erreur induite par une température différente, ce qui peut influencer de manière significative sur les résultats des tests de conductivité électrique. Pour le processus de test, chaque échantillon serait testé 5 fois et les valeurs maximale et minimale seraient éliminées. Après cela, les 3 valeurs restantes seraient calculées pour les résultats de conductivité électrique finaux.

Références

- [1] Sunde, J. K., et al., Precipitate statistics in an Al-Mg-Si-Cu alloy from scanning precession electron diffraction data. *Journal of Physics: Conference Series*, 2017. 902: p. 012022.
- [2] Andersen, S. J., Quantification of the Mg_2Si β'' and β' phases in AlMgSi alloys by transmission electron microscopy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995. 26(8): p. 1931-1937.
- [3] Egerton, R. F., *Electron energy-loss spectroscopy in the electron microscope*. 2011: Springer Science & Business Media.
- [4] Hirsch, P., et al., *Electron microscopy of thin crystals* Butterworths. London, UK, 1965: p. 358.
- [5] Kelly, P. M., et al., The determination of foil thickness by scanning transmission electron microscopy. *physica status solidi (a)*, 1975. 31(2): p. 771-780.

- [6] Liao, Y., et al., 2D Dopant Determination in Laser-Diffused Si Resistors Using Dopant-Selective Etching. *Journal of The Electrochemical Society*, 2006. 153(1): p. G16-G22.
- [7] Zuo, J. and Spence, J., *Electron microdiffraction*. 2013: Springer Science & Business Media.
- [8] Allen, S. M., Foil thickness measurements from convergent-beam diffraction patterns. *Philosophical Magazine A*, 1981. 43(2): p. 325-335.
- [9] Standard, A. S. T. M., E92-17. *Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials*. 2017, ASTM International: West Conshohocken, PA.
- [10] Standard, A. S. T. M., E1004-17. *Standard Test Method for Determining Electrical Conductivity Using the Electromagnetic (Eddy Current) Method*. 2017, ASTM International: West Conshohocken, PA.

CHAPITRE 4 EMPREINTE DIGITALE DSC DES TREMPES

Dans ce chapitre, trois des alliages d'aluminium industriels les plus couramment utilisés, notamment la plaque HPVDC AlSi10Mg0.3Mn, la barre 319 PM coulée et la feuille extrudée 6082, ont été soumis à un traitement thermique à des températures différentes et à des tests DSC. Ensuite, les résultats DSC ont été caractérisés dans le but d'étudier systématiquement la relation entre les trempes et les caractéristiques DSC. Pendant ce temps, la microstructure a également été observée via MO et MET pour confirmer le comportement des précipitations à partir des courbes DSC, tandis que la conductivité électrique et la micro dureté ont également été mesurées afin de fournir un support supplémentaire pour établir «l'empreinte» DSC pour différentes trempes dans différents alliages d'aluminium.

4.1 Alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn

4.1.1 Thermogrammes DSC

La figure 4-1a montre les courbes de chauffage DSC sous les trempes F et SHT de l'alliage AlSi10Mg0,3Mn, tandis que la figure 4-1b représente les courbes DSC sous les trempes T5, T6 et T7. Comme le montre la figure 4-1a, trois pics exothermiques évidents, *a*, *b* et *c*, se situant à la température d'env. 240°C, 330°C et

430°C sont présents dans les deux trempes F et SHT et sont liés à la précipitation de β'' , β' et β respectivement [1, 2]. Par ailleurs, comme le montre la figure 4-1b, les courbes T5 et T6 montrent deux pics exothermiques, b' et c' , situés à la température env. 340°C et 420°C respectivement, qui sont liés à la précipitation de β' et β , respectivement [2] alors qu'un seul pic exothermique majeur, c'' , situé à la température env. 370°C, qui sont liés à la précipitation de β , sont détectés dans T7. En outre, des pics endothermiques avant ou après les pics exothermiques peuvent être observés, par exemple, *I*, *II* et *III* représentés sur la figure 4-1, qui sont liés à la dissolution de certaines phases respectivement, ce pic *I* représentant la dissolution de β'' , le pic *II* désigne la dissolution de β' et le pic *III* est lié à la dissolution de la phase β . Les caractères des courbes DSC sous différentes trempes sont résumés dans le tableau 4-1.

Table 4-1 Résumé des caractérisations DSC AlSi10Mg0.3Mn.

	Séries de pic Exo. <i>a</i>	Séries de pic Endo. <i>I</i>	Séries de pic Exo. <i>b</i>	Séries de pic Endo. <i>II</i>	Séries de pic Exo. <i>c</i>	Séries de pic Endo. <i>III</i>
F	β'' , 230°C	β'' dissolue	β' , 340°C	β' dissolue	β , 440°C	β dissolue
SHT	β'' , 240°C	β'' dissolue	β' , 320°C	β' dissolue	β , 420°C	β dissolue
T5	×	β'' dissolue	β' , 340°C	β' dissolue	β , 430°C	β dissolue
T6	×	β'' dissolue	β' , 340°C	β' dissolue	β , 420°C	β dissolue
T7	×	×	×	β' dissolue	β , 370°C	β dissolue

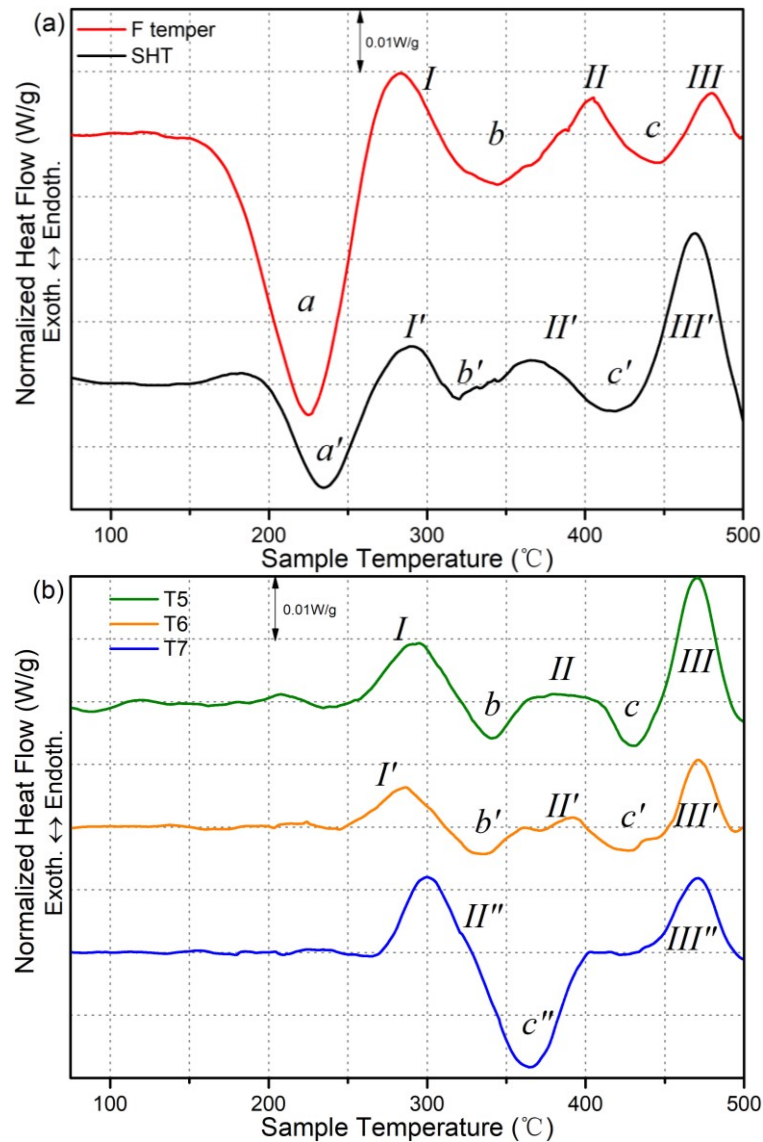


Figure 4-1 Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min d'alliages AlSi10Mg0.3Mn dans différents :trempes (a) F et SHT; (b) les trempes de vieillissement T5, T6 et T7.

Les identifications de toutes les trempes sont indiquées en gras dans le tableau 4-1, qui peut être reconnu comme empreinte digitale pour chaque trempe. À partir d'une observation basique des deux graphiques illustrés dans les figures 4-1a et 4-1b et dans le résumé du tableau 4-1, la différence la plus significative entre les trempes est le nombre de pics exothermiques que trois pics exothermiques présentent à la fois

dans le F et le SHT alors qu'il y en a deux T5 et T6 et un seul pour T7. Pendant ce temps, il existe également des différences sur la zone de pic pour un pic similaire. Par exemple, la zone du pic *a* dans F est beaucoup plus grande que celle dans SHT (figure 4-1a) et le pic *c* dans T7 est beaucoup plus grande que T5 et T6. D'autres résultats sur ces figures sont réalisés concernant la zone du pic, la température du pic et surtout les connexions entre les thermographes DSC et la microstructure, qui seront discutées dans la dernière partie.

4.1.2 Microstructure et évaluations des propriétés

Comme le montre la figure 4-1, les trempes peuvent être fondamentalement identifiées entre les trempes en fonction des caractères des pics, tels que le nombre de pic et la zone de pic. Cependant, il n'y a toujours pas de différence évidente entre certaines trempes, tels que F et SHT, T5 et T6. Par conséquent, les microstructures de différentes trempes ont été observées et illustrées dans la figure 4-2, qui présente la différence significative entre ces trempes. On peut constater que dans les trempes F (figure 4-2a) et T5 (figure 4-2c), les réseaux eutectiques en Si sont encore très fins dans le réseau en raison du processus HPVDC et du processus de vieillissement à basse température. Cependant, ils sont transformés en particules sphériques séparées après SHT et T6 en raison du traitement en solution à haute température dans SHT et T6. Par conséquent, ensemble avec l'observation de la microstructure et l'analyse DSC, les diverses trempes de AlSi10Mg0.3Mn après HPVDC peuvent être

clairement caractérisés et identifiés.

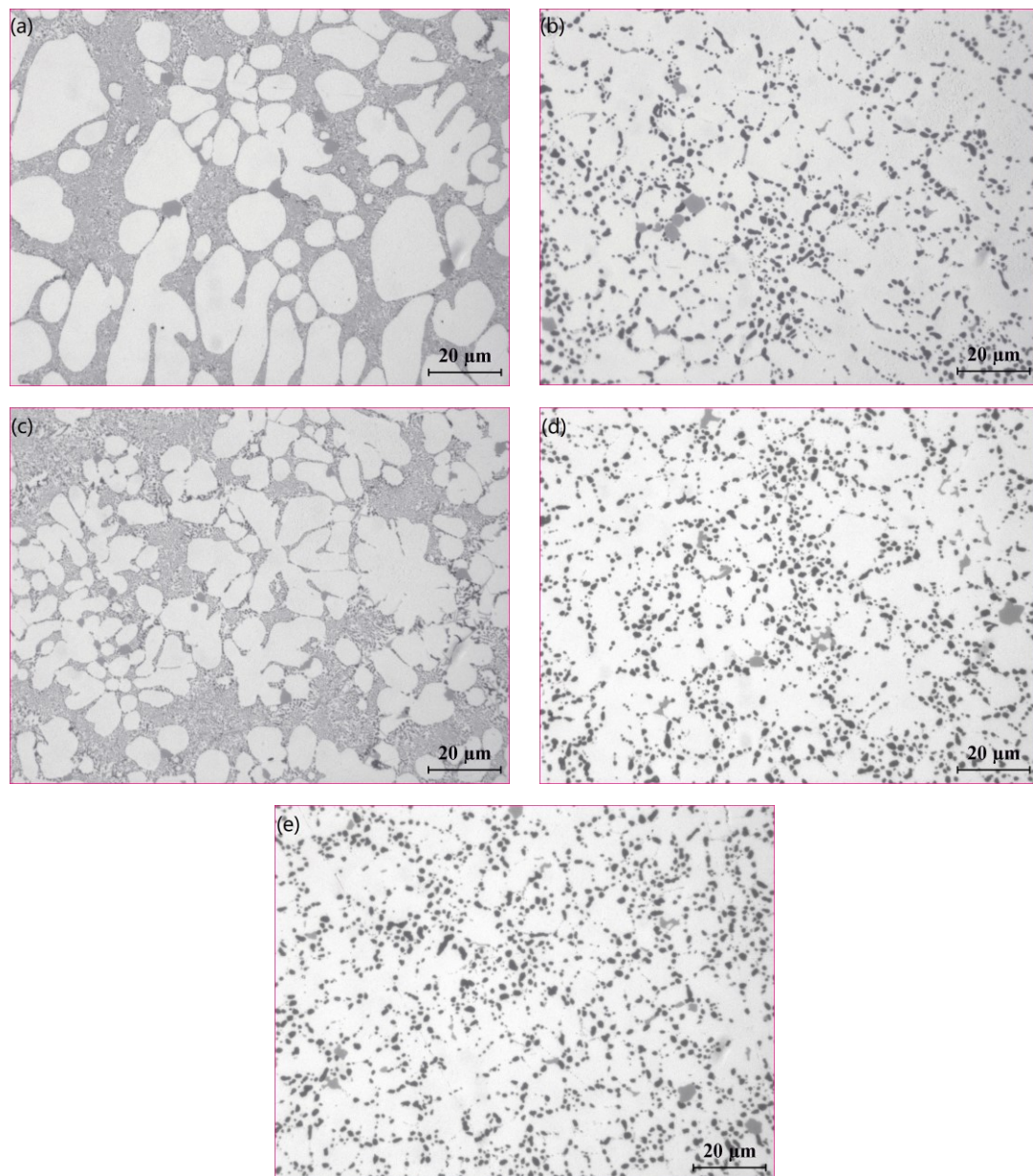


Figure 4-2 Microstructures optiques des alliages AlSi10Mg0.3Mn de différentes trempes: (a) F, (b) SHT, (c) T5, (d) T6 et (e) T7.

En outre, l'évolution des précipités après le processus de vieillissement, tels que T5, T6 et T7, est également détaillée avec la MET et les résultats sont montrés à la figure 4-3. On peut constater que les précipités varient considérablement avec les

trempe. Dans T5 (Figure 4-3a), il existe principalement trois types de précipités impliqués, la forme en forme d'aiguille, la forme en forme de tige et la forme granuleuse, ce qui est cohérent avec les résultats d'autres travaux de recherche similaires de Yanagihara *et al.* [3] Pour le T6 de la figure 4-3b, il est principalement constitué des précipités de β'' en forme d'aiguille, alors qu'ils sont transférés vers le précipité β' de la forme aiguille mais avec une taille plus grande dans T7 (figure 4-3c). Ceci concorde avec l'analyse par DSC présentée à la figure 4-1, selon laquelle le premier pic endothermique à la fois dans T5 et dans T6 est la dissolution de β'' alors qu'il se modifie en dissolution de β' dans T7.

Comme le montre la figure 4-3, non seulement le type de précipités, mais également la distribution et la taille des précipités sont très différents entre les trempes. On peut constater que la précipitation dans T5 n'est pas uniforme, alors qu'elle est uniformément répartie dans T6 et T7, ce qui peut probablement être attribué au traitement thermique que aucun traitement en solution n'est appliqué avant le processus de vieillissement dans T5, puis une force motrice moindre pour la précipitation pendant le processus de vieillissement.

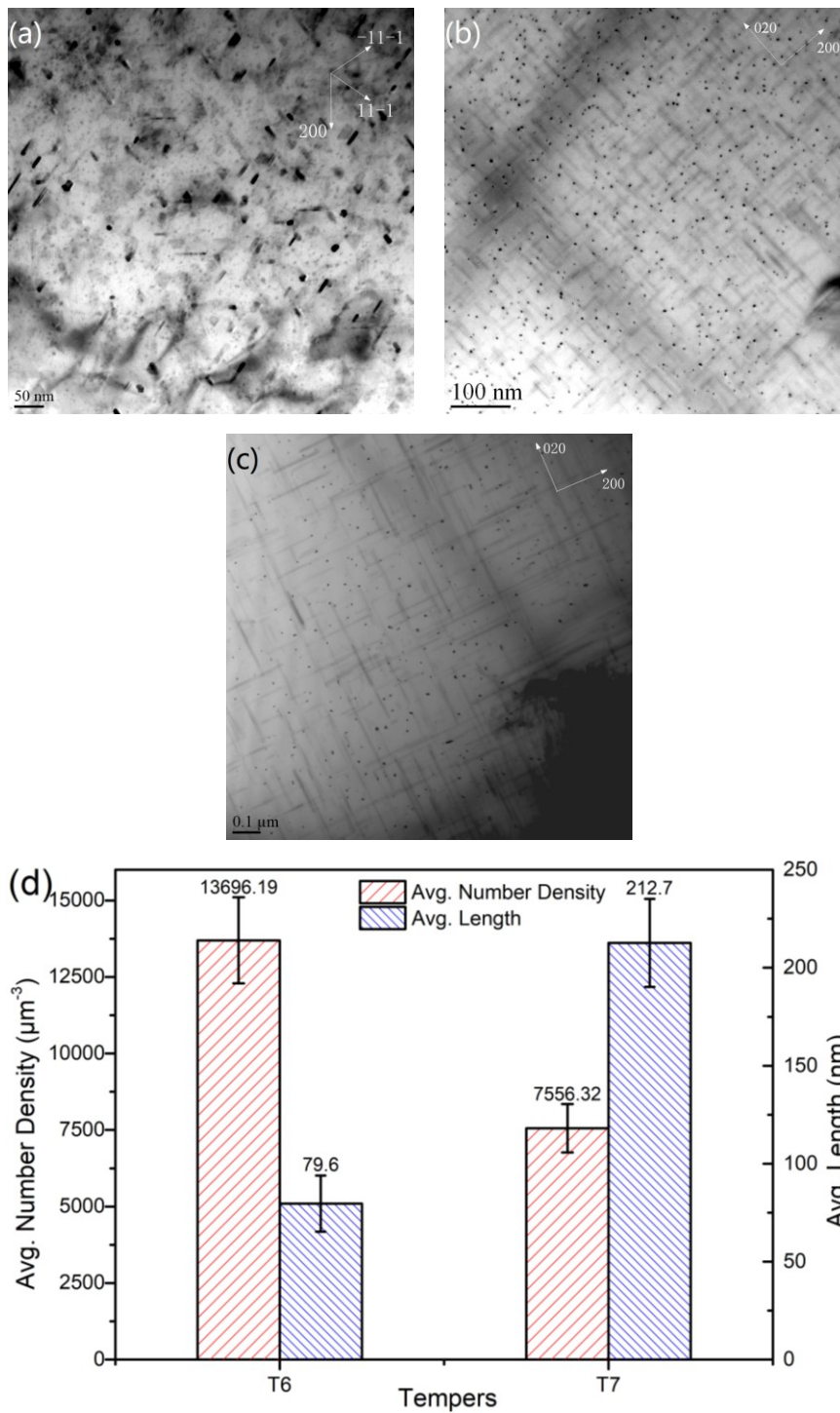


Figure 4-3 La distribution des précipités sous diverses trempes: (a) T5, (b) T6, (c) T7 et (d) analyse quantitative.

Comme le montre la figure 4-3d, la densité numérique et la longueur moyenne de β'' sont de $13696 \mu\text{m}^{-3}$ et $79,6 \mu\text{m}$ dans T6, alors qu'elles sont de $7556 \mu\text{m}^{-3}$ et de

212,7 μm sous T7, ce qui est beaucoup moins, mais avec une taille plus grande, il peut contribuer au processus de vieillissement excessif. Comme le montre la figure 4-4, la CE ne change que de 31.3 %IACS à 34.3 %IACS de F à T5 alors qu'elle passe de 35.89 %IACS à 40.10 %IACS dans T6. Par conséquent, une solution solide moins saturée est décomposée pour la précipitation pendant le processus de vieillissement, ce qui a provoqué une basse solubilité des échantillons T5 par rapport aux échantillons T6 avant le vieillissement, ce qui a pour conséquence que moins d'éléments se dissolvent dans la matrice, de sorte qu'après le même processus de traitement de vieillissement, la précipitation en solution solide a moins de force motrice dans T5 que les T6 traitées en solution, et le noyau de nucléation pour T5 est inférieur à celui de T6. En outre, la taille et la densité numérique des précipités dans T6 et T7 changent également beaucoup.

De plus, la CE et la micro dureté ont également été évaluées sous différentes trempes, comme le montre la figure 4-4. On peut constater que la CE est relativement inférieure en F, SHT et T5 par rapport à T6 et T7, tandis que la micro dureté est similaire entre F et SHT mais inférieure à T5, T6 et T7. Cela s'explique par les différentes trempes. Pour la trempe F, en raison de la température élevée pendant la fabrication HPVDC qui est proche de la température solide, un volume élevé d'atomes de solution solide est retenu dans la matrice, ce qui conduit à sa CE le plus bas, tandis que le niveau de solution solide reste élevé après SHT car la température

pour les atomes dissous dans la matrice en état SHT est de 500°C, ce qui est inférieur à la température solide. Cependant, la plupart des atomes de solutés solides précipités hors de la matrice au cours du processus de vieillissement, tels que T6 et T7, ont pour résultat une CE plus élevée et une dureté supérieure. Cependant, la CE de T5 est relativement inférieure à T6 et T7, ce qui peut être lié à la morphologie de Si. Comme le montre la figure 4-2c, leur réseau est encore fin, ce qui donne une CE inférieure dans T5 par rapport aux grosses particules séparées dans T6 et T7, comme le montre la figure 4-2d [4].

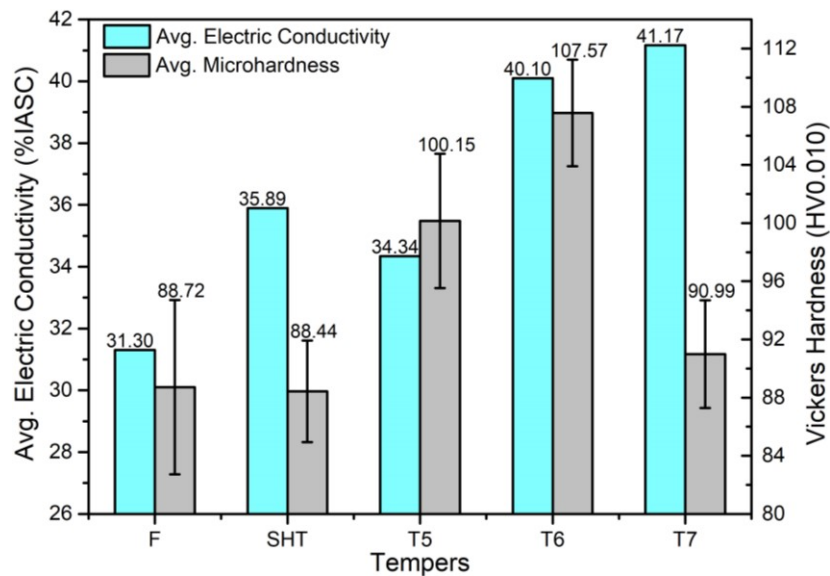


Figure 4-4 Conductivité électrique moyenne et dureté Vickers des alliages AlSi10Mg0.3Mn sous différentes trempes.

4.2 Alliage de Coulée PM Al-Si-Mg-Cu 319

4.2.1 Thermogrammes DSC

La figure 4-5 montre les courbes de chauffage de DSC des alliages expérimentaux 319 dans diverses conditions. Comme le montre la figure 4-5a, il existe trois pics exothermiques, b , c et d , situés à une température d'env. 160 °C, 240 °C et 390 °C, respectivement, qui sont liés aux précipitations des zones GP [5, 6], θ' [7-9] et θ pour les trempes F et SHT. Cependant, deux autres pics exothermiques sont observés dans SHT: l'un est situé à une température d'env. 105 °C, ce qui peut être reconnu comme le pic de formation de groupes selon la littérature [10] tandis que l'autre est recouvert du pic c' , situé à la température d'env. 260 °C (noté c''), que l'on peut appeler Q' , la précipitation précurseur de Q [7-10]. La courbe de chauffage DSC sous des trempes de vieillissement (T5, T6 et T7) est représentée sur la figure 4-5b, sur laquelle les pics exothermiques c , c' et d , d' sont observés sur les courbes T5 et T6, respectivement. Ils se situent presque aux mêmes températures que celles de la figure 4-5a, sont liés à la précipitation de θ' et θ respectivement. Pour la courbe T7, seul le pic exothermique d'' faisant référence à la précipitation de θ est détecté.

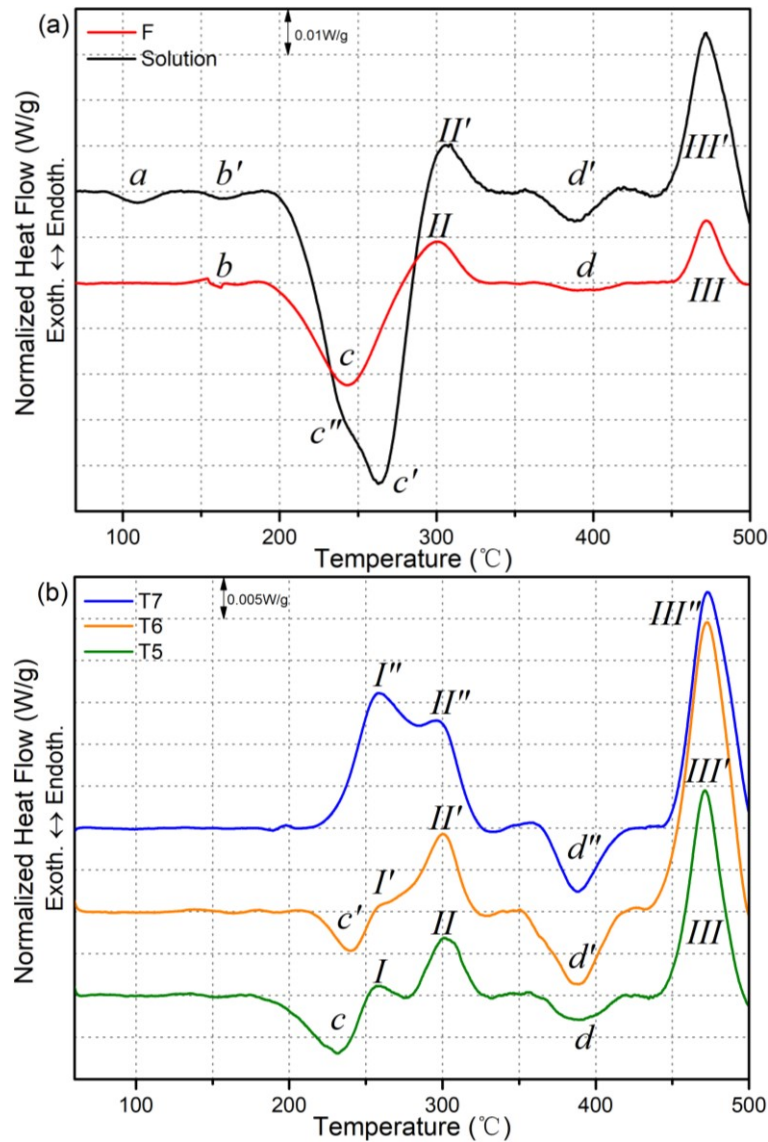


Figure 4-5 Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min des alliages 319 dans différentes trempes, (a) F et SHT; (b) les trempes T5, T6 et T7.

Outre les pics exothermiques de la figure 4-5, deux pics endothermiques sont également observés. Ils sont le pic *II*, situés à la température env. 300 °C, ce qui peut être reconnu comme la dissolution des précipités de θ' , et le pic *III*, situé à la température env. 470 °C, ce qui peut être reconnu comme la dissolution des précipités de θ . En outre, un autre pic endothermique *I* situé à env. On peut observer 260 °C

dans une condition vieillissante (figure 4-5b), ce qui peut être considéré comme la dissolution des précipités Q' . Les informations pour les différents pics dans les alliages 319 à partir de la courbe DSC représentées dans la figure 4-5 sont résumées dans le tableau 4-2.

Table 4-2 Résumé des caractérisations DSC des alliages 319.

	Séries de pic Exo. <i>a</i>	Séries de pic Exo. <i>b</i>	Pic Exo. <i>c/c'</i>	Pic Exo. <i>c''</i> ; Séries de pic Endo. <i>I</i>	Séries de pic Endo. <i>II</i>	Séries de pic Exo. <i>d</i>	Séries de pic Endo. <i>III</i>
F	×	Zones GP, 160°C	θ' , 240°C	×	θ' dissolue	θ , 400°C	θ dissolue
SHT	Groupes, 110°C	Zones GP, 160°C	θ' , 260°C	Q' , 240°C	θ' dissolue	θ , 390°C	θ dissolue
T5	×	×	θ' , 240°C	Q' dissolue	θ' dissolue	θ , 390°C	θ dissolue
T6	×	×	θ' , 240°C	Q' dissolue	θ' dissolue	θ , 390°C	θ dissolue
T7	×	×	×	Q' dissolue	θ' dissolue	θ , 390°C	θ dissolue

Les identifications pour toutes les trempes d'alliage 319 sont indiquées en gras dans le tableau 4-2, qui peuvent être reconnus comme étant l'empreinte digitale de l'alliage 319 pour chaque trempe. À partir d'une observation fondamentale des graphiques de la figure 4-5, les différences sont évidentes dans la comparaison de (a) et de (b), qui est le nombre de pics exothermiques. Pour la trempe F, il y a trois pics exothermiques; pour SHT, il y a cinq pics exothermiques mais le troisième et le quatrième sont superposés. Pour les traitements de vieillissement maximum, T5 a deux pics exothermiques et trois autres pics endothermiques, ce qui le rend similaire à la condition T6. Cependant, la zone des pics pour ces deux conditions est très différente l'une de l'autre. Le T5, comparé au T6, a un premier pic plus grand alors

que le T6 a un dernier pic plus grand. Pour T7, il peut être considéré comme un seul pic exothermique.

4.2.2 Évaluations des propriétés et microstructures

Sur le thermographe DSC, les différences évidentes de la figure 4-5a concernent la taille de la zone des pics *c* et *c'* et l'existence du pic *c''*, qui est principalement causée par le traitement en solution de l'échantillon F. Ces phénomènes peuvent être considérés comme les caractéristiques majeures des deux états, fortement étayés par les preuves des résultats de conductivité électrique et de dureté Vickers.

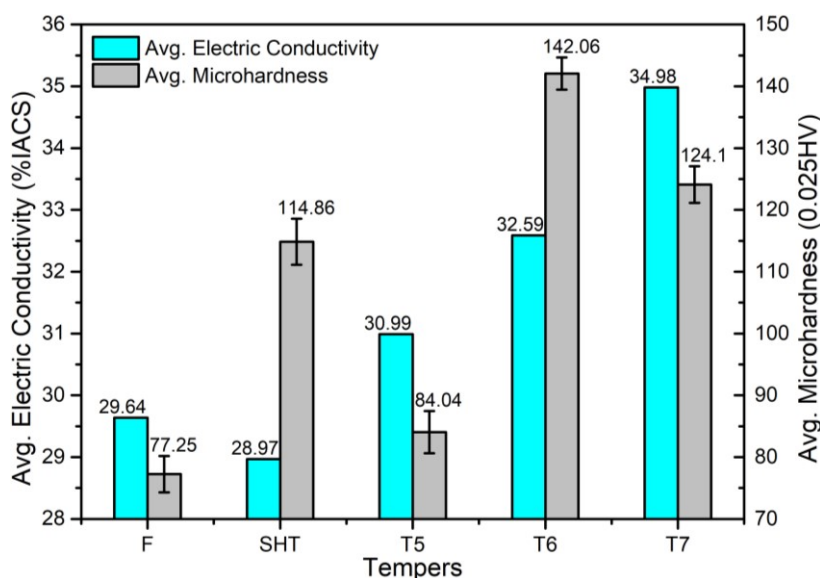


Figure 4-6 La conductivité électrique moyenne et les résultats des tests de dureté Vickers pour toutes les conditions dans les alliages 319.

Comme le montre la figure 4-6, les résultats de conductivité électrique moyenne et de micro dureté pour les trempes F et SHT constituent un support suffisant pour la zone du pic *c* pour les résultats DSC de la figure 4-5a. Au cours de la SHT, davantage

de particules à bas point de fusion, telles que Al_2Cu , se sont dissoutes dans la matrice, ce qui a entraîné une micro dureté beaucoup plus élevée par rapport à la trempe F. Pendant ce temps, la dissolution entraîne également la diminution de la CE. Cependant, le changement de morphologie de l'eutectique Si augmentera la CE [4] (voir figure 4-7). Par conséquent, une différence mineure sur CE entre les trempes SHT et F peut être observée dans la figure 4-5a.

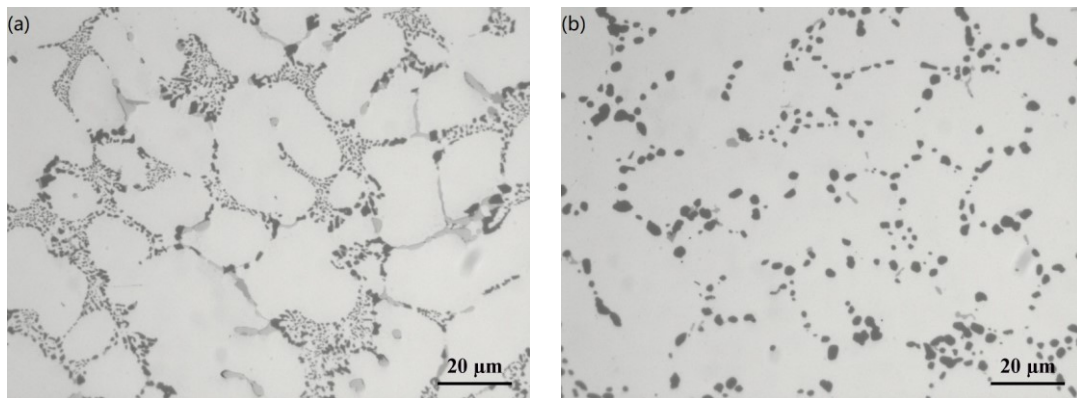


Figure 4-7 Observation au microscope optique alliages 319 sous: (a) F et (b) trempes SHT.

Pendant le processus de coulée, il y a des solutés sursaturés plus faibles dans la matrice que dans SHT, ce qui entraîne une zone plus petite de zones GP (pic *b* sur la figure 4-5) par rapport à SHT. Plus tard, lorsque la température a augmenté, comme cela a été étudié par Biswas *et al.* [5], la formation des précipités θ' et Q' aura lieu même directement à partir des zones GP. Ainsi, la relation entre la zone du pic et la quantité de précipités dans les deux conditions a été expliquée.

Pour les conditions de vieillissement illustrées à la figure 4-5b, les trempes T5 et T6, qui diffèrent par le fait qu'il existe ou non un traitement thermique en solution

avant le traitement de vieillissement, ce qui entraîne la distinction de solubilité pour les échantillons, présentent une zone de pic distincte de pic c . Pour la condition T5, qui est directement vieillie après la trempe F avec un niveau de solution sursaturé relativement bas, la zone de pic de pic c est beaucoup plus petite que celle de T6, qui est vieillie après le traitement de solution complète. Ceci peut également être confirmé par l'observation de la MET à la figure 4-8. En condition T5 (figure 4-8a), on peut observer simultanément différentes formes de sections transversales de forme rectangulaire et arrondie, dont une partie peut être considérée comme la phase θ' avec une forme rectangulaire avec une section transversale [11], et les particules de petite taille et de forme ronde correspondent à Q' [11, 12], tandis que les autres précipités en forme de lattes correspondant aux (200) ou (020) sont des précipités θ' , étant donné que leurs tailles coïncident bien, mais dont la quantité est assez petite.

D'autre part, une grande quantité de précipités de type latte peut être bien observée dans l'image limée brillante de T6 (figure 4-8b), qui sont principalement des précipités θ' . De nombreuses particules de petite taille (environ 5 nm de diamètre) peuvent également être considérées comme les précipités Q' [11, 12], ce qui correspond aux résultats de la DSC que le pic I' pour la dissolution de Q' . Sur la figure 4-8c, le motif de précipités cohérents et de phase semi-cohérente peut être observé dont le cohérent est plus évident que le semi-cohérent, conduisant à des résultats que les précipités cohérents, éventuellement θ'' sont plus nombreux que les

précipités θ' , ce qui correspond également aux résultats de la courbe DSC pour T6 selon laquelle on peut encore observer l'existence du pic c' pour la précipitation θ' .

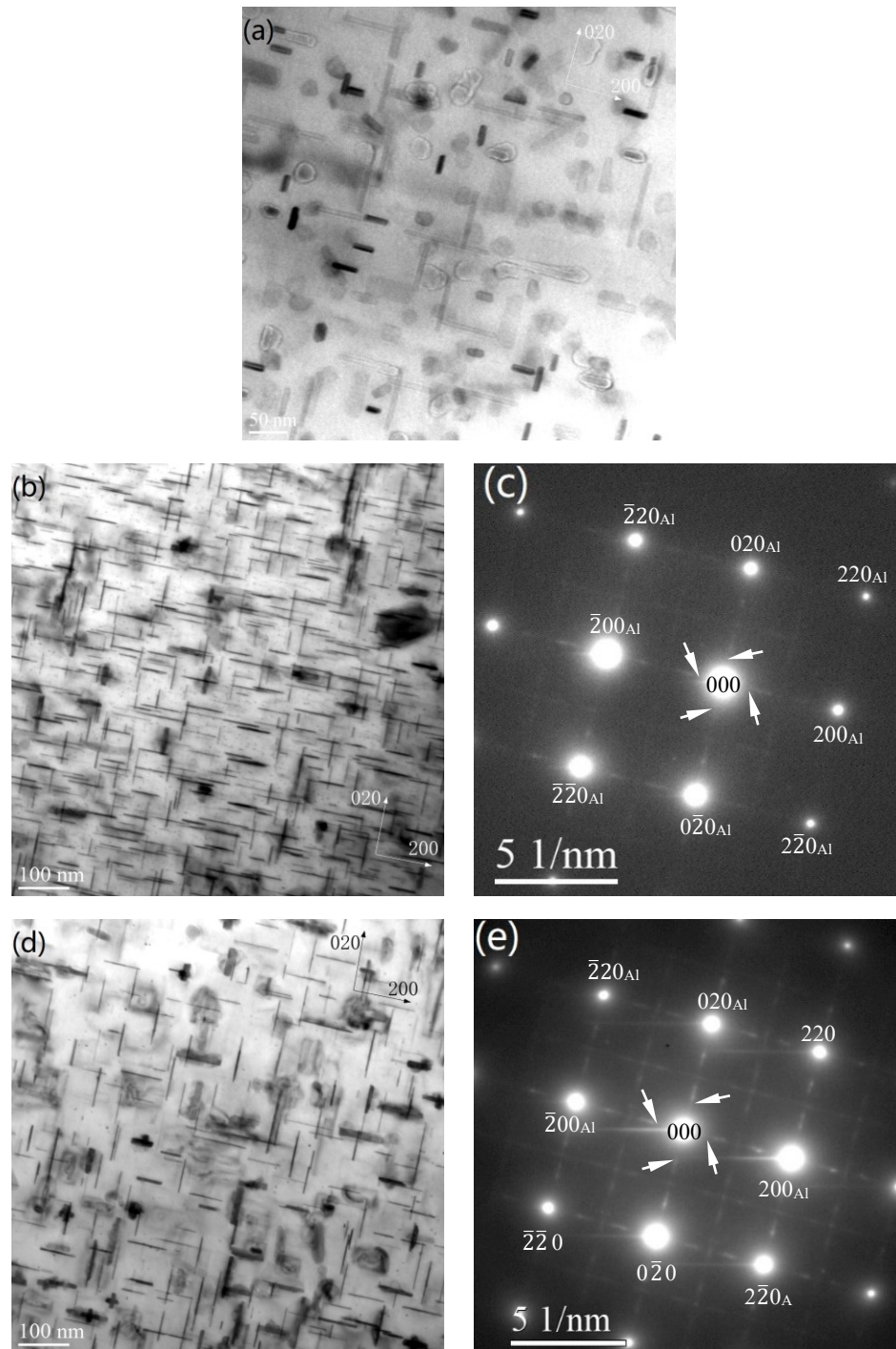


Figure 4-8 Image limée brillante MET des trempes de vieillissement des alliages 319 : (a) T5, (b) T6, (d) T7 et les SADP correspondants pour T6 (c) et T7 (e).

Selon la Figure 4-6, conductivité électrique moyenne et les résultats de micro dureté pour les conditions T5 et T6 peuvent également être considérés comme une approbation de cette question, que pour la conductivité électrique de T5 est inférieure à celle de la contrepartie T6 et la micro dureté de T5 est beaucoup inférieur à son homologue T6. Cela signifie que la condition T5, qui est directement vieillie de la condition F et présente une très faible augmentation à la fois de la conductivité électrique et de la micro dureté par rapport à la condition F, contient encore une quantité considérable d'éléments solutés dans la matrice et les précipités formés pendant de tels traitements de vieillissement n'ont pas beaucoup d'effet sur le renforcement de l'alliage 319 par rapport à la condition T6, étant appuyés par les résultats MET ainsi que par les résultats DSC.

La figure 4-8d montre les précipités dans la condition T7, les précipités en forme de lattes sont des précipités θ' , avec également de petits granulaires (environ 5 nm de diamètre) qui peuvent être considérés comme des précipités Q' [11, 12]. Sur la figure 4-8e, le motif de précipités semi-cohérents est évident à observer, ce qui indique que la quantité de précipités θ' est suffisamment élevée pour présenter le motif. Ce résultat coïncide avec le résultat de la courbe DSC pour la condition T7 qui n'a qu'un pic exothermique d'' pour la précipitation de θ . Selon la figure 4-6, le résultat de la conductivité électrique pour la condition T7 est encore plus élevé que la condition T6, ce qui signifie que même plus de réactions de précipitation se sont

produites et que les précipités sont donc bien plus nombreux que la condition T6. Mais à mesure que la température augmente pendant le traitement de survieillissement T7, les précipités grossissent également, contribuant de moins en moins aux propriétés mécaniques telles que la micro dureté, comme le montre la comparaison des résultats de dureté Vickers pour T6 et T7.

4.3 Alliage Extrudé Al-Si-Mg 6082

4.3.1 Thermogrammes DSC

La figure 4-9 montre les courbes de chauffage DSC des alliages 6082 extrudés sous diverses trempes. Sur la figure 4-9a, toutes les courbes montrent des pics exothermiques situés aux environs de la température de 160 °C, 240 °C, 320 °C et 410 °C pour le F et la trempe à l'eau ou 400 °C pour la trempe à l'air SHT respectivement, et un pic endothermique situé à la température d'env. 470 °C. Le pic exothermique *a* à env. 100 °C, cependant, ne peut être observé que sur la courbe de l'échantillon SHT avec trempe à l'eau. Considérant que les trempes de ces courbes ont une solubilité élevée, le pic *a* fait référence à la formation de groupes et les autres pics *b*, *c*, *d* et *e* à la précipitation des zones GP, respectivement β'' , β' et β , et le pic endothermique *II* fait référence à la dissolution de précipités β [13, 14]. Sur les figures 4-9b et 4-4c pour les conditions naturelles vieilles à la fois après la trempe à l'eau et à l'air. Toutes ces courbes de la figure 4-9b montrent trois pics exothermiques, situés

à la température de 240 °C, 320 °C et 430 °C, respectivement, qui font référence à la précipitation de β'' , β' et β respectivement. Et un pic endothermique situé à 470 °C, ce qui peut être considéré comme la dissolution de précipités β [13, 14]. Pour la figure 4-9c, la seule différence par rapport à la figure 4-9b est la température du pic exothermique e , situé à environ 400 °C plutôt que 430 °C. Comme le montrent la figure 4-9d pour les trempes T5 et T6, il existe également trois pics exothermiques, situés à 230 °C, 330 °C et 410 °C pour T5 et T6 avec trempe à l'eau, ou 390 °C pour T6 avec trempe à l'air respectivement, qui peut être reconnu comme étant les précipitations β'' , β' et β respectivement. Dans le trempe T5, il n'y a qu'un seul pic endothermique II , situé à 470 °C, ce qui correspond à la dissolution de β . Mais dans les trempes T6 après la trempe à l'eau et à l'air, il existe deux pics endothermiques situés à 300 °C et à 470 °C, ce qui peut être considéré comme la dissolution de β'' et β respectivement. Les identifications pour toutes les trempes d'alliage 6082 sont indiquées en gras dans le tableau 4-3.

EMPREINTE DIGITALE DSC DES TREMPES

Table 4-3 Résumé des caractérisations DSC en alliage 6082.

	Séries de pic Exo. <i>a</i>	Séries de pic Exo. <i>b</i>	Séries de pic Exo. <i>c</i>	Séries de pic Endo. <i>I</i>	Séries de pic Exo. <i>d</i>	Séries de pic Exo. <i>e</i>	Séries de pic Endo. <i>II</i>
F	×	Zones GP, 160°C	β'' , 240°C	×	β' , 320°C	β , 410°C	β dissolue
Trempe à l'eau SHT	Groupe, 100°C	Zones GP, 160°C	β'' , 240°C	×	β' , 320°C	β , 410°C	β dissolue
Trempe à l'air SHT	×	Zones GP, 160°C	β'' , 240°C	×	β' , 320°C	β , 400°C	β dissolue
Trempe à l'eau T4	×	×	β'' , 240°C	×	β' , 320°C	β , 430°C	β dissolue
Trempe à l'air T4	×	×	β'' , 240°C	×	β' , 320°C	β , 400°C	β dissolue
T5	×	×	β'' , 230°C	×	β' , 330°C	β , 410°C	β dissolue
Trempe à l'eau T6	×	×	β'' , 230°C	β'' dissolue	β' , 330°C	β , 410°C	β dissolue
Trempe à l'air T6	×	×	β'' , 230°C	β'' dissolue	β' , 330°C	β , 390°C	β dissolue

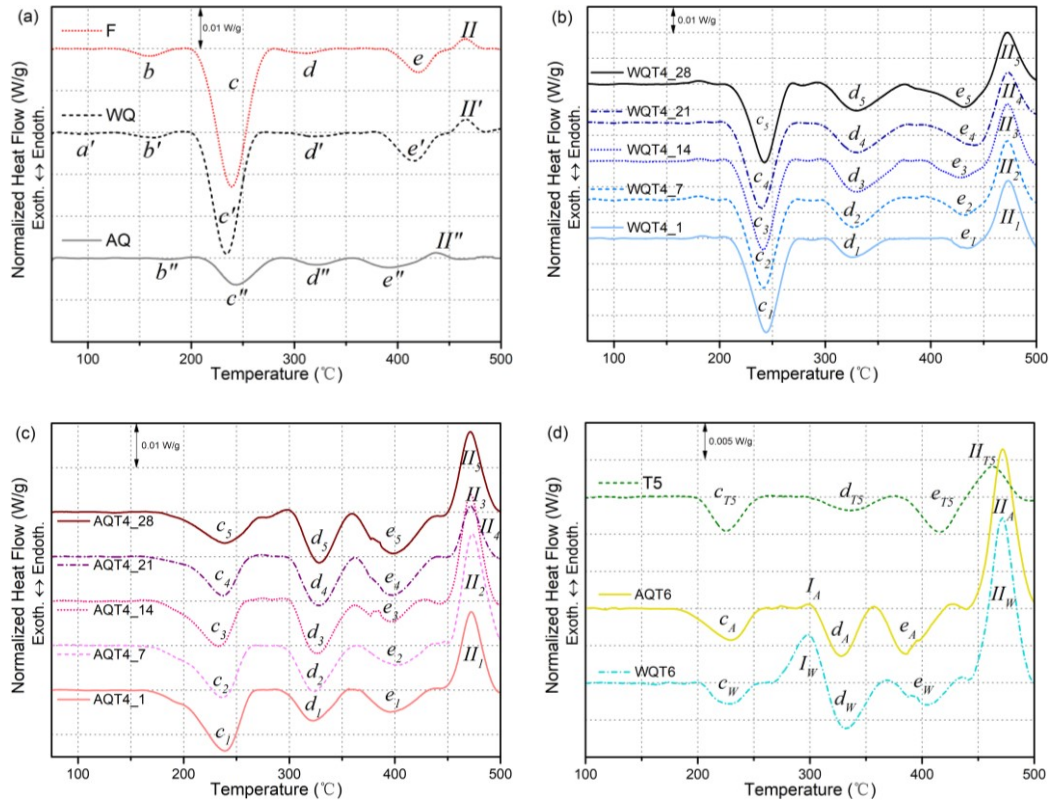


Figure 4-9 Courbes de chauffage DSC à une vitesse de chauffage de 10 °C/min des alliages 6082 dans (a)F et la trempe de solution (b) les trempes de vieillissement naturels et (c) les trempes à T5 et T6.

Sur les figures 4-9b et 4-9c, la comparaison entre les premières séries de pics

exothermiques de c_1 à c_5 a été traitée. On peut observer sur les graphiques que les gammes de température et la forme de la réaction de précipitation de β'' pour toutes les trempes sont assez similaires, alors les hauteurs de pic peuvent représenter la zone de pic et sont utilisées pour comparer les caractères de DSC du vieillissement naturel après la trempe à l'eau ou à air, illustrée dans la figure 4-10.

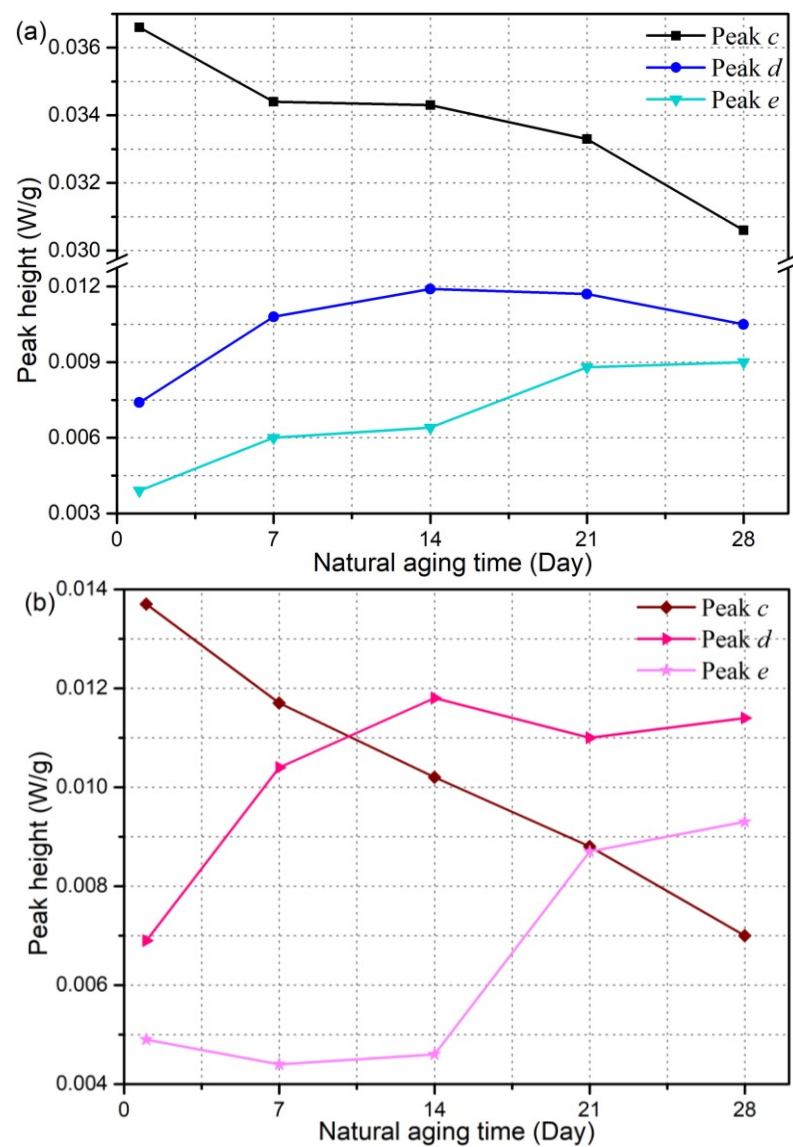


Figure 4-10 Résumé statistique pour les pics de précipitation de β'' , β' et β à partir des courbes DSC d'échantillons naturels vieillissants: (a) trempe à l'eau et (b) trempe à l'air.

Comme le montre la figure 4-10, les hauteurs des pics de précipitation β'' diminuent avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, ce qui indique que la quantité de zones GP dans les échantillons avant l'apparition de la réaction de précipitation de β'' diminue avec le temps de vieillissement. Ceci est dû au fait que le vieillissement naturel a d'abord fait réagir les atomes de la solution solide sursaturée, s'il y en a, dans les groupes, ce qui se produirait au cours des deux premières heures, selon l'étude de Rodríguez-Veiga *et al.* [6], puis ont réagi les groupes dans les zones GP et finalement transformé les zones GP en précipités β'' , également appelés zones GP-II [2, 15-17] en raison de la cohérence et de la similitude des zones de GP reconnues traditionnelles et originales. Et il convient de noter que les échantillons trempés à l'eau ont un taux de trempe élevé, entraînant une solubilité beaucoup plus élevée dans la matrice, et influençant ainsi les réactions de vieillissement naturel ultérieures et le test DSC, ce qui permet d'observer que les pics de précipitation β'' dans la figure 4-9b sont encore très profonds et nets, ce qui signifie que même après un mois complet de vieillissement naturel, la plupart des atomes ou particules d'alliage se présentent toujours sous la forme de zones GP. Cependant, comme le montre la figure 4-9c, les pics de précipitation des β'' sont peu profonds et larges, ce qui peut être déduit du fait que non seulement la faible vitesse de refroidissement à l'air causant une solubilité plus faible, mais aussi que les atomes formant des zones GP sont beaucoup plus faciles à précipiter. Les hauteurs des pics

de précipitation de β' augmentent au début mais gardent presque le même plan après plusieurs semaines. Et les hauteurs des pics de précipitations β ont tendance à augmenter avec le temps de vieillissement naturel. Pour la réaction de précipitation β' , il faut que cela se produise à partir de son précurseur, le β'' , qui se forme pendant la période de vieillissement naturel, et ainsi la réaction de précipitation de β peut se produire. L'explication des résultats des hauteurs des pics de précipitation β' et β peut être considérée avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, les atomes de soluté ont une chance de se diffuser, de sorte qu'après leur processus de diffusion, l'énergie requise pour certaines réactions de précipitation puisse être considéré comme décroissant puisque les atomes ont plus de chance de se rencontrer et ont donc pour avoir des réactions.

La figure 4-9d montre les courbes DSC pour des conditions de vieillissement. En comparant les trempes T5 et T6 ensemble, on pense que le traitement de vieillissement de pic après le traitement en solution surtout les précipités deviennent des précipités β'' bien qu'il puisse rester encore une très petite partie sous la forme de zones GP parce que le pic c , qui représente la précipitation β'' , existe toujours sur les deux trempes. Cependant, le résultat du vieillissement artificiel T5 sans traitement en solution indique qu'il reste plus de zones GP abandonnées que de trempe T6, car la force motrice, provoquée par la fabrication, pour la précipitation pendant le traitement de T5 est même inférieure à son équivalent T6 qui est causé par le

traitement en solution. Au cours des tests DSC, les précipités β'' existants se forment dans le β' , car, à l'état de trempe à l'eau, les éléments d'alliage sont principalement des solutés solides sursaturés dans la matrice après le traitement en solution, puis après le traitement de vieillissement, la plupart d'entre eux se forment en précipités β'' , de sorte que lors du test DSC, si les précipités β'' (Mg_5Si_6) doivent évoluer en précipités β' ($\text{Mg}_{1.8}\text{Si}$) [17], il faut plus d'atomes de Mg pendant la période de formation, donc le besoin en énergie pour la diffusion des atomes de Mg peut être considérée comme la cause principale d'un tel grand pic endothermique II , qui peut également être considéré comme un processus de dissolution en vue macroscopique. En comparant le pic II_A qui est considérablement plus petit que le pic II_W , ce qui signifie que l'état trempé à l'eau contient beaucoup plus de précipités β'' que celui trempé à l'air. Pendant que dans le vieillissement artificiel T5, à cause des zones GP ou le précurseur de précipités β existants, la formation de β'' , β' , même β contient suffisamment d'éléments d'alliage en tant que matières premières, ainsi les pics de dissolution dans T5 sont presque invisibles.

4.3.2 Évaluation des propriétés et microstructures

L'évolution de la conductivité électrique et de la micro dureté sous différentes trempes est illustrée à la figure 4-11. La conductivité électrique de la trempe F et de la trempe de solution peut être considérée comme normale étant donné que le traitement en solution a été effectué sur l'échantillon, ce qui a modifié la solubilité de

l'échantillon. entraînant une diminution de la conductivité électrique selon la littérature [18]. Il est également clair qu'avec l'augmentation du temps de vieillissement naturel, leurs conductivités électriques augmentent, mais la tendance n'est pas très évidente, ce qui peut même être considéré comme restant à peu près au même niveau. Comme pour le T5 et le T6, les résultats peuvent être reconnus comme typiques pour les trempes de pics de vieillissement en raison du grand nombre de précipités formés qui diminue la solubilité de la matrice, ainsi la conductivité électrique augmente selon la théorie de Mathiessen [18].

En ce qui concerne les résultats de dureté de la figure 4-11b, ils constituent une autre preuve solide qui conforte le point de vue ci-dessus. Les échantillons naturels vieillis ont plus d'atomes de soluté dans la matrice, ce qui lui permet de produire plus de précipités, ce qui explique la tendance croissante des trois trempes de vieillissement naturels. Pour les trempes T5 et T6, la dureté de la T6 trempée à l'eau est encore un peu supérieure à celle de la T5 en raison de la solubilité plus élevée causée par le traitement en solution avant le processus de vieillissement. Et T5 et T6 sont tous deux supérieurs à n'importe quelles trempes de vieillissement naturelles correspondants, ce qui est raisonnable pour que la trempe du pic de vieillissement ait plus de précipités et moins de solubilité pour augmenter la conductivité électrique et avoir des propriétés mécaniques plus fortes que les trempes de vieillissement naturelles. Toutefois, l'échantillon de la trempe F gagne beaucoup en durcissement

après le processus d'extrusion. Mais la tension à l'intérieur de l'échantillon a été éliminée, ce qui diminue les propriétés mécaniques de l'échantillon, y compris la micro dureté après le traitement en solution.

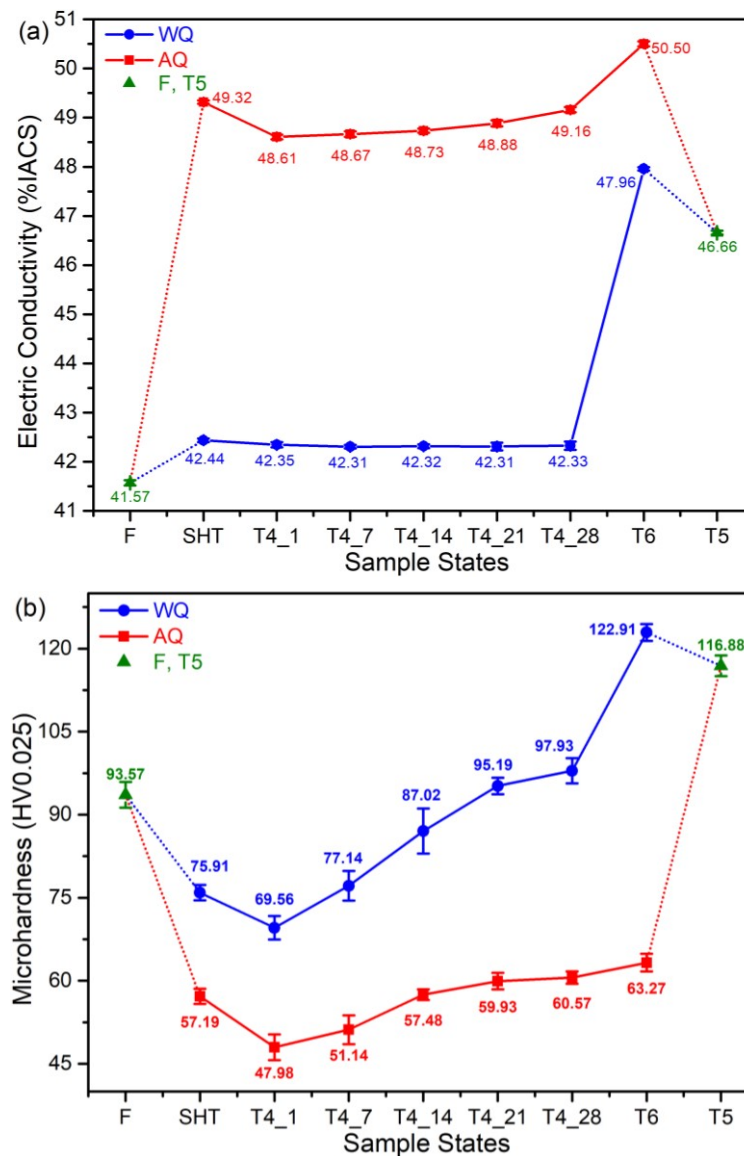


Figure 4-11 La conductivité électrique moyenne (a) et les résultats de la dureté Vickers (b) de toutes les conditions pour les alliages 6082.

D'après les images MET pour les deux trempes T5 et T6, comme le montre la figure 4-12.

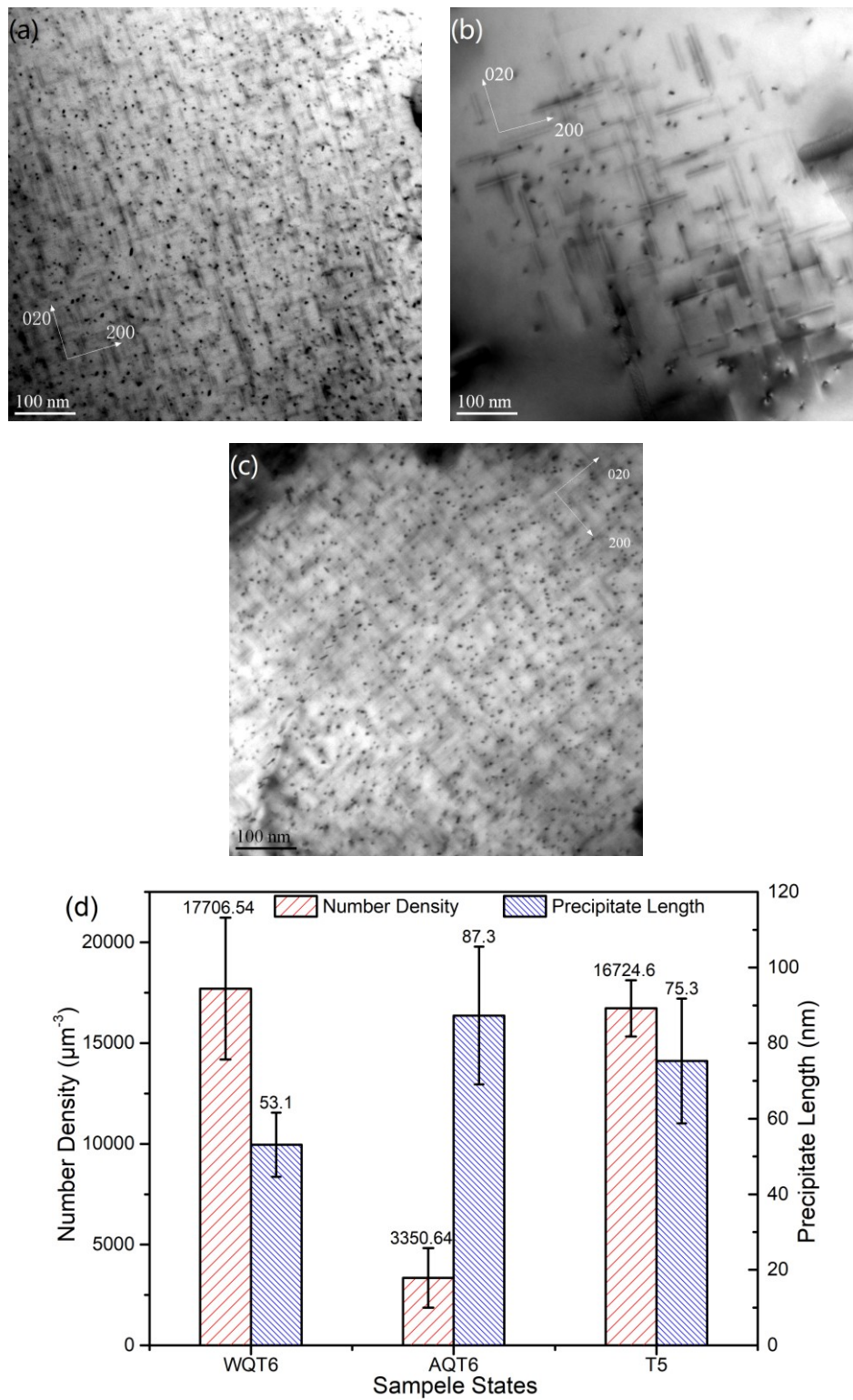


Figure 4-12 Images MET limées brillantes de T6 avec trempe à l'eau (a), trempe à l'air (b) et T5 (c), trempes des alliages 6082, et (d) densité moyenne numérique correspondante et longueur des précipités.

Il est évident que les trois états ont principalement les précipités β'' . Mais leur quantité est différente l'une de l'autre, ce qui correspond à une densité numérique de $17706.54 \mu\text{m}^{-3}$ et à une taille de 53.1 nm sous T6 à l'eau, comparé avec $16724.6 \mu\text{m}^{-3}$ et à 75.3 nm sous T5, ce qui peut expliquer que la T5 a un niveau de solution solide sursaturé relativement plus bas que la trempe T6. Pour la T6 trempée à l'air, les résultats de la quantification MET montrent que la densité numérique moyenne est de $3350.64 \mu\text{m}^{-3}$ et que la longueur moyenne du précipité est de 87.3 μm . Comparant aux résultats de T6 trempé à l'eau, il est clair que la différence majeure sur la micro dureté, comme le montre la figure 4-11b, est causée par la quantité différente de précipités de β'' dans ces deux trempes.

4.4 Sommaire

Dans ce chapitre, toutes les caractéristiques de certaines trempes dans trois alliages d'aluminium, à savoir l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn, l'alliage PM 319 et l'alliage extrudé 6082, ont été examinées et permettent de tirer les conclusions suivantes:

- 1) Toutes les trempes de l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn, de l'alliage coulé PM 319 et de l'alliage extrudé 6082 ont été caractérisés par analyse DSC, en fournissant leurs empreintes digitales principalement basées sur les pics des courbes DSC. Le nombre et la hauteur/zones des pics de précipitation

ou de dissolution peuvent aider à identifier le la trempe individuelle de divers alliages.

- 2) Des liens ont été établis entre les caractéristiques des courbes DSC, des microstructures et les propriétés physiques et mécaniques d'alliages correspondants dans diverses trempes.
- 3) Les limitations des empreintes digitales DSC sont révélées par le traitement des trempes de pic de vieillissement, qui ont souvent des résultats similaires sur les courbes DSC. Les mesures de conductivité électrique et de micro dureté peuvent servir de moyens complémentaires pour mieux identifier différentes trempes avec l'analyse DSC.

Références

- [1] Chang, C. S. T. and Banhart, J., Low-Temperature Differential Scanning Calorimetry of an Al-Mg-Si Alloy. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011. 42(7): p. 1960-1964.
- [2] Dutta, I. and Allen, S., A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. Journal of Materials Science Letters, 1991. 10(6): p. 323-326.
- [3] Yanagihara, E., et al., Precipitation Structure of Al–10 mass%Si–0.3 mass%Mg Alloy Produced by High Pressure Die Casting and Permanent Mold Casting with T5 Treatment. MATERIALS TRANSACTIONS, 2015. 56(7): p. 1112-1119.
- [4] Mulazimoglu, M. H., Drew, R. A. L., and Gruzleski, J. E., The electrical

- conductivity of cast Al–Si alloys in the range 2 to 12.6 wt pct silicon. *Metallurgical Transactions A*, 1989. 20(3): p. 383-389.
- [5] Biswas, A., Siegel, D. J., and Seidman, D. N., Compositional evolution of Q-phase precipitates in an aluminum alloy. *Acta Materialia*, 2014. 75: p. 322-336.
- [6] Rodríguez-Veiga, A., et al., A multidisciplinary approach to study precipitation kinetics and hardening in an Al-4Cu (wt. %) alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018. 757: p. 504-519.
- [7] Farkoosh, A. R. and Pekguleryuz, M., Enhanced mechanical properties of an Al–Si–Cu–Mg alloy at 300°C: Effects of Mg and the Q-precipitate phase. *Materials Science and Engineering: A*, 2015. 621: p. 277-286.
- [8] Hwang, J. Y., et al., The effect of Mg on the structure and properties of Type 319 aluminum casting alloys. *Acta Materialia*, 2009. 57(4): p. 1308-1317.
- [9] Biswas, A., et al., Temporal evolution of coherent precipitates in an aluminum alloy W319: A correlative anisotropic small angle X-ray scattering, transmission electron microscopy and atom-probe tomography study. *Acta Materialia*, 2016. 116: p. 219-230.
- [10] Wang, X., Esmaeili, S., and Lloyd, D. J., The sequence of precipitation in the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2006. 37(9): p. 2691-2699.
- [11] Zheng, Y., et al., Effects of Cu content and Cu/Mg ratio on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Cu–Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015. 649: p. 291-296.
- [12] Xiao, Q., et al., Effect of Cu content on precipitation and age-hardening behavior in Al-Mg-Si-xCu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017. 695: p. 1005-1013.
- [13] Zhen, L., Kang, S. B., and Kim, H. W., Effect of natural aging and preaging

- on subsequent precipitation process of an Al-Mg-Si alloy with high excess silicon. *Materials Science and Technology*, 1997. 13(11): p. 905-911.
- [14] Zhen, L. and Kang, S. B., DSC analyses of the precipitation behavior of two Al-Mg-Si alloys naturally aged for different times. *Materials Letters*, 1998. 37(6): p. 349-353.
- [15] Edwards, G. A., et al., The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 1998. 46(11): p. 3893-3904.
- [16] Banhart, J., et al., Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys – A Process of Unexpected Complexity. *Advanced Engineering Materials*, 2010. 12(7): p. 559-571.
- [17] Manickaraj, J., Liu, G., and Shankar, S., Effect of Incubation Coupled with Artificial Aging in T6 Heat Treatment of A356.2 Aluminum Casting Alloy. *International Journal of Metalcasting*, 2011. 5(4): p. 17-36.
- [18] Mondolfo, L. F., *Aluminum alloys: structure and properties*. 2013: Elsevier.

CHAPITRE 5 CINÉTIQUE DE PRÉCIPITATION DE L'ALLIAGE D'AlSi10Mg0.3Mn

Dans ce chapitre, l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn est sélectionné pour étudier systématiquement la cinétique de précipitation à l'aide de la technique DSC en calculant l'évolution des paramètres cinétiques de base, y compris les fractions transformées et l'énergie d'activation. La microscopie électronique à transmission est utilisée pour caractériser les précipités, et les quantifications de la densité numérique et la longueur des précipités sont utilisées pour étudier l'évolution de la microstructure dans le but de confirmer le comportement des précipitations.

5.1 Détermination des Paramètres Cinétiques de Précipitation

Selon la méthode de la section 2.4.4, pour calculer l'énergie d'activation, les courbes en forme de S des pics correspondants provenant des thermogrammes DSC dans différentes trempes sont utilisées pour calculer l'énergie d'activation. Prenant la trempe F comme le montre la figure 5-1a, les courbes en forme de S du pic a (précipitations β'') peuvent être tracées avec les caractères du pic à trois vitesses de chauffage différentes (figure 5-1b). Selon la méthode KAS [1], les relations entre les températures et les fractions de transformation de la précipitation peuvent être utilisées pour déterminer l'énergie d'activation avec l'équation suivante Eq(18):

$$\ln \frac{\phi_i}{T_{\alpha,i}^2} = -\frac{E}{RT_{\alpha,i}} + C_4 \quad (18)$$

Où ϕ_i est la vitesse de chauffage des tests DSC; le $T_{\alpha,i}$ est la température correspondante sur la certaine fraction de transformation; E est l'énergie d'activation; R est la constante de gaz, qui est d'environ $8.314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$; et C_4 est une constante d'interception.

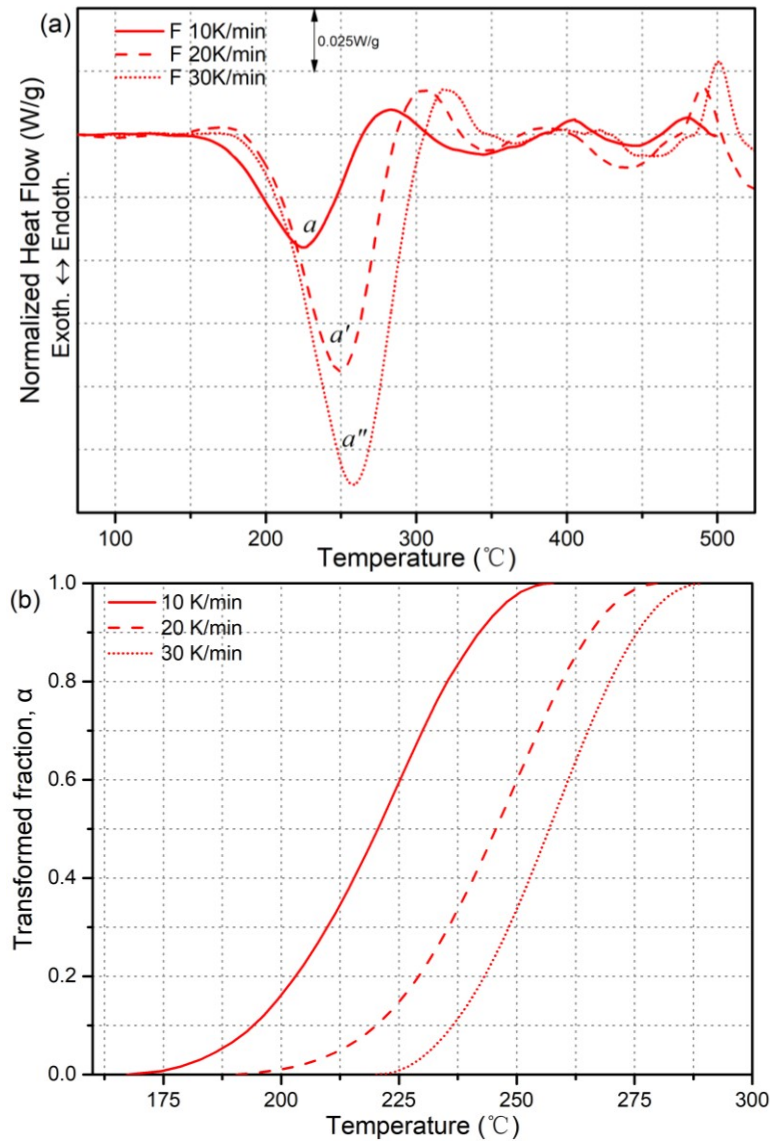


Figure 5-1 (a) Courbes DSC de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn en trempé F avec différentes vitesses de chauffage; et (b) la fraction transformée en courbes en forme de S de précipitation β'' .

Pour une fraction de transformation fixe α , la valeur de $T_{\alpha,i}$ peut être déterminée en conséquence à partir de la courbe α -T de la figure 5-1b et du graphique de $\ln(\phi_i/T_{\alpha,i}^2) \sim 1/T_{\alpha,i}$ peut être retrouvé. Sur la base de Eq (18) et sa courbe, la pente $(-E/R)$ peut être obtenue ultérieurement, ainsi l'énergie d'activation E peut être déterminée avec α fixe, comme indiqué sur la figure 5-2.

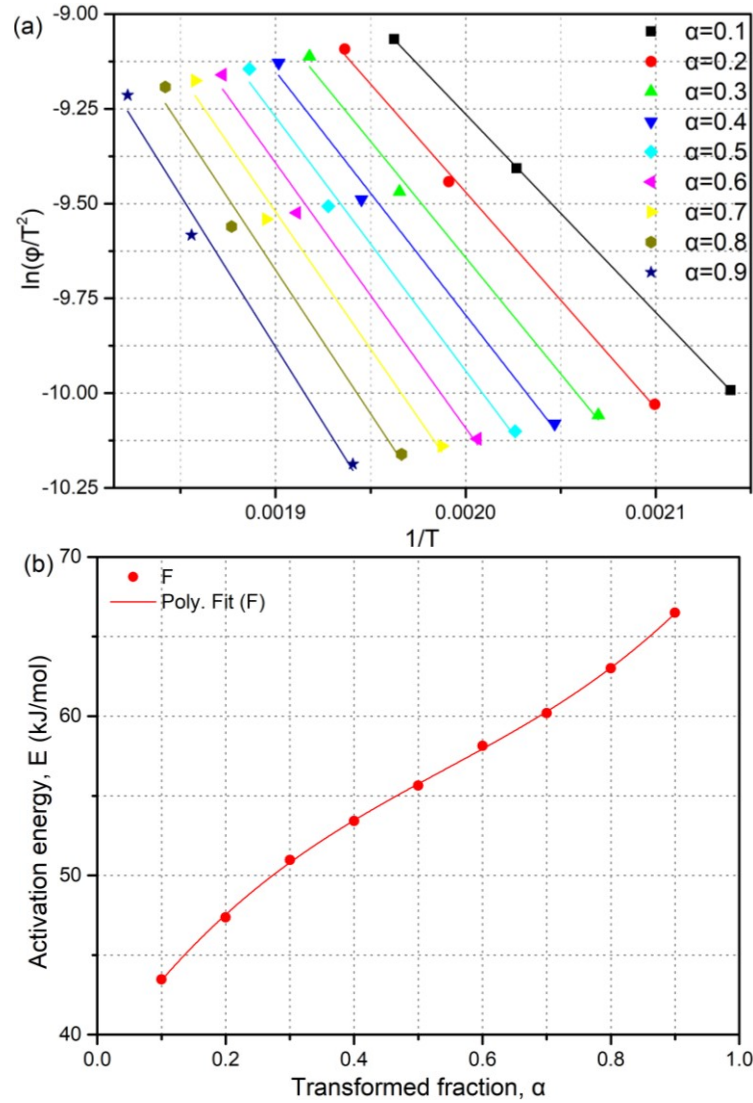


Figure 5-2 Détermination de l'énergie d'activation pour la précipitation β'' dans la trempe F de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn: (a) la courbe cinétique utilisant la méthode KAS dans diverses valeurs α . Les valeurs de r^2 pour ces raccords linéaires vont de 0.97 à 0.99; (b) l'évolution de l'énergie d'activation de la précipitation β'' comme fonction de la fraction transformée. La valeur de r^2 pour l'ajustement polynomial est de 0.99.

Des processus similaires peuvent également être facilement appliqués à d'autres trempes, à l'exception de la trempe F de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn. Ces processus de détermination sont énumérés dans l'Annexe II.

5.2 Precipitates Energie D'activation de Divers Précipités

Selon la méthode décrite à la section 5.1, l'énergie d'activation de différents précipités (pics) est calculée sous différentes trempes dans la présente œuvre. Afin d'éviter l'effet thermique du processus de DSC et les interactions entre différents précipités, seul le premier pic de DSC de chaque condition est analysé et l'énergie d'activation des précipitations présentée par ce pic est calculée et discutée.

5.2.1 β'' dans F & trempes de Solution

La figure 5-3 montre l'énergie d'activation de β'' en F et dans les trempes traitées en solution, y compris le traitement partiel en solution (défini comme “460SHT”) et le traitement en solution complète (défini comme “500SHT”). On peut constater que lorsque le rapport de transformation passe de 0.1 à 0.9, l'énergie d'activation varie de 43.47 à 66.49 kJ / mol pour la trempe F, de 42.39 à 69.26 kJ/mol pour la trempe 460SHT, tandis que 72.64 à 101.60 kJ/mol pour la trempe 500SHT.

A. Gaber *et al.* [2] ont constaté que l'énergie d'activation de la précipitation de β'' dans l'alliage Al-1.12 wt.% Mg₂Si-0.35 wt.% Si (excès de Si) est d'env. 76.1 kJ/mol en utilisant la méthode Kissinger à la température de pic; Bryant *et al.* [3] ont

rapporté que dans l'alliage AA6111, l'énergie d'activation du traitement de T4 standard est de 117 kJ/mol. On peut constater que dans d'autres alliages contenant du siliciure de magnésium similaire, l'énergie d'activation de la précipitation de β'' pendant le chauffage DSC correspond bien aux celles calculées dans les mêmes gammes de fluctuation.

Comme le montre la figure 5-3b, l'énergie d'activation de β'' augmente de F à 460SHT et à 500SHT à un taux de transformation fixe. Par exemple, ils augmentent de 55.64 kJ/mol sous F à 60.07 kJ/mol sous 460SHT, puis à 87.51 kJ/mol sous 500SHT à la fraction de transformation α de 0.5. Cela signifie que la formation de β'' pendant le processus de chauffage DSC dans la trempe F, solution partielle et solution complète est de plus en plus difficile, ce qui peut être probablement lié à la formation de zones GP dans ces revenus avant le test DSC, ce qui contribue à la formation de β'' . Pour la trempe F, il est déjà un bon moment après la fabrication, au cours de laquelle le vieillissement naturel peut être complètement terminé avec des zones GP formées, il est alors plus facile de former β'' et l'énergie d'activation la plus faible. Par ailleurs, les échantillons après 460SHT et 500SHT sont congelés avant le test DSC pour éviter le vieillissement naturel après le traitement en solution. Cependant, la zone GP formée pendant la condition F peut être partiellement dissoute avec une partie d'entre eux restant pendant 460SHT alors qu'ils sont complètement dissous dans 500SHT. Par conséquent, l'énergie d'activation de β'' en solution partielle est

supérieure à F mais inférieure à la solution complète.

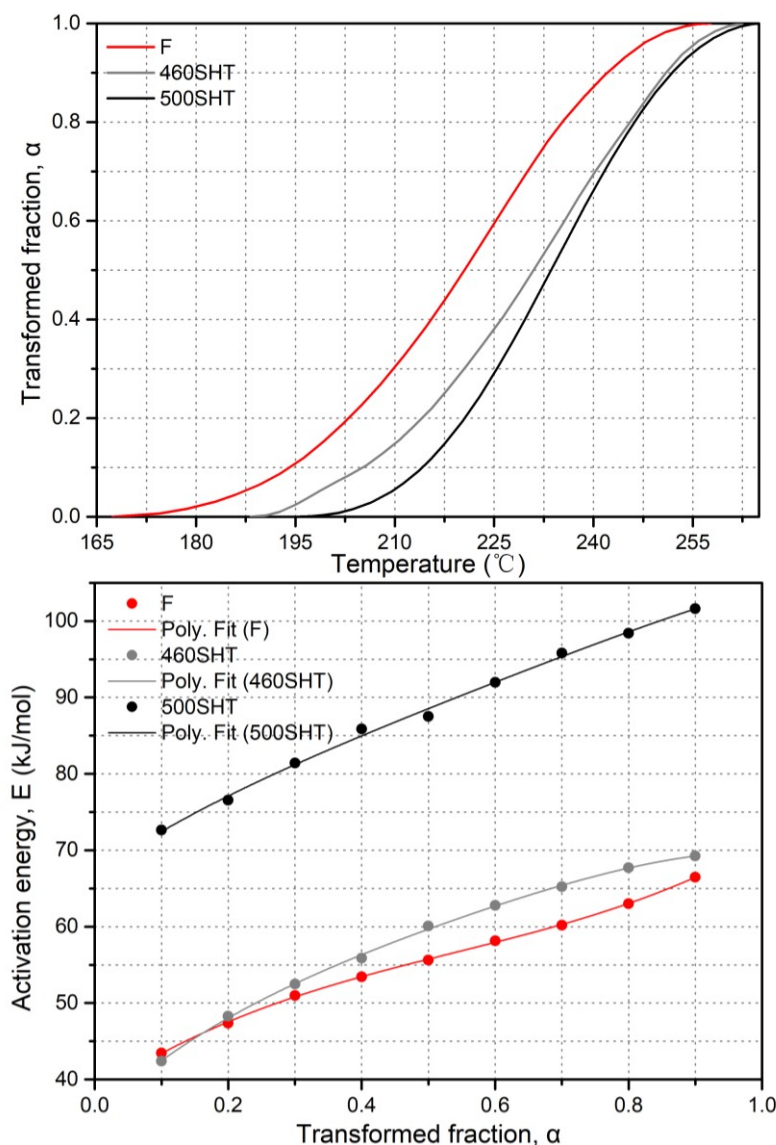


Figure 5-3 (a) Courbes en forme de S de la précipitation de β'' basées sur le premier pic de DSC dans les trempes F, 460SHT et 500SHT (b) Les évolutions de l'énergie d'activation de la précipitation de β'' comme fonction de la fraction transformée pour les trempes F et SHT des alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99.

5.2.2 β' dans les trempes T5 et T6

La figure 5-4 représente l'énergie d'activation de la précipitation β' , comprise entre 138.32 à 145.73 kJ/mol dans la trempe T5, 62.61 à 78.92 kJ/mol en T6 avec

solution partielle («T6-p») et entre 73.84 et 117.39 kJ/mol dans T6 avec solution complète («T6-f»). Dans le même temps, la tendance de l'énergie d'activation avec le rapport de transformation varie entre les trempes T5 et T6; qui augmente au départ puis décroît in T5, alors qu'elle continue d'augmenter dans T6.

Afin de découvrir l'influence des précipitations sur l'énergie d'activation de β' après les trempes T5 et T6, une observation MET a été réalisée et les résultats sont montrés dans la figure 5-5.

Comme le montre la figure 5-5a, des précipités en forme d'aiguille et de tige sont observés dans T5 dans la zone sélectionnée dans différents axes de zone, et la taille de tels précipités correspond à la morphologie mentionnée des précipités β'' dans les travaux de Visser *et al.* [4]. Cependant, certaines morphologies inhabituelles sont également observées, telles que les précipités granulaires dans toute la zone sélectionnée, qui est similaire aux précipités rapportés par Yanagihara *et al.* [5] En comparaison avec T6-p et T6-f, la fraction volumique des précipitations est beaucoup plus faible et sa taille est beaucoup plus petite, ce qui rend difficile le transfert vers β' et conduit à l'énergie d'activation la plus élevée de T5.

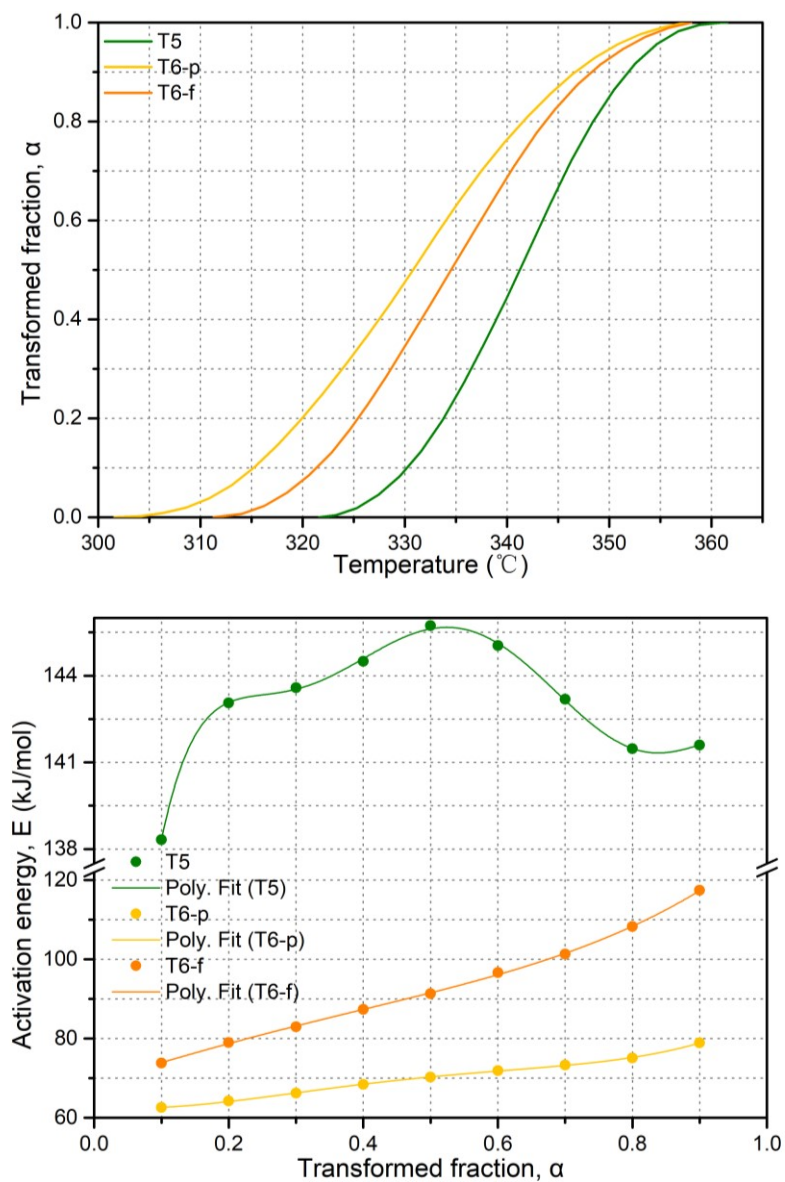


Figure 5-4 (a) Courbes en forme de S du pic de précipitation de β' en DSC de T5, T6 avec solution partielle et complète. (b) Les évolutions des énergies d'activation de la précipitation β' en fractions transformées pour les trempes T5 et T6 avec solution partielle et complète d'alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99.

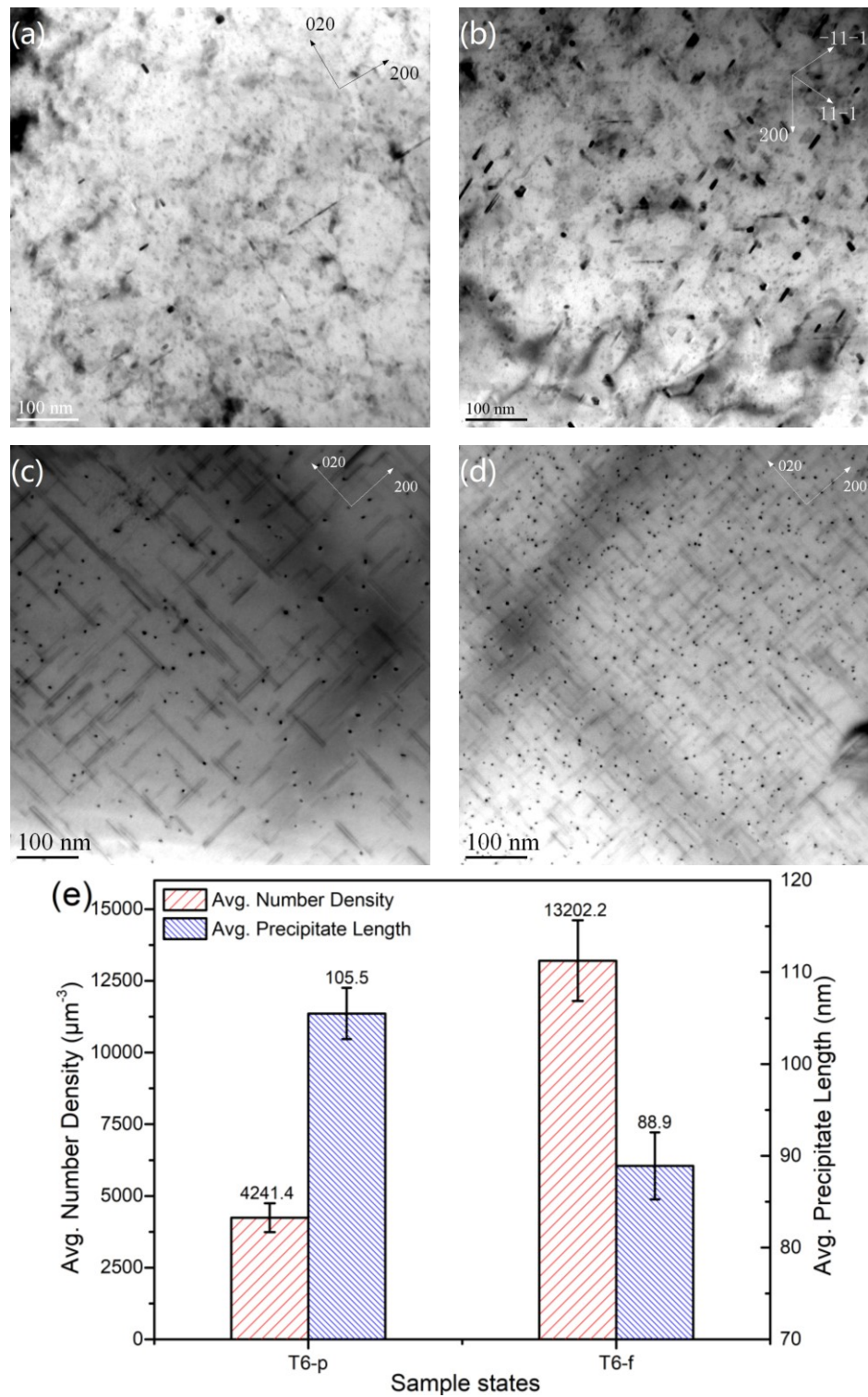


Figure 5-5 Images de champ lumineux MET de l'alliage AlSi10Mg0.3Mn avec la trempe T5 dans l'axe de la zone [001] (a) et l'axe de la zone [011] (b); trempe T6 avec solution partielle (c) et avec solution complète (d), et statistiques quantitatives des précipités (e) respectivement.

En outre, les précipités dans T5 ne sont pas seulement cohérents avec les plans (200) mais également avec les plans (111), comme le montre la figure 5-5b. Par conséquent, afin de former β' qui est cohérent avec les plans (200), l'autre partie des précipités existants sur le plan (111) devra absorber plus d'énergie pour diffuser sur une plus longue distance. Ainsi, l'énergie d'activation de la trempe T5 augmente d'abord jusqu'à ce que la plupart des précipités sur le plan (111) absorbent suffisamment d'énergie pendant la diffusion. Ensuite, l'énergie d'activation diminue tandis que le reste des précipités sur (200) nécessitant moins d'énergie que les précédents.

La figure 5-5c-e montre la distribution des précipités dans T6-p et T6-f ainsi que leurs caractères. On peut constater que les précipités dans T6-p sont beaucoup plus gros que T6-f et avec une fraction volumique beaucoup plus faible. Comme le montre la figure 5-5e, la densité numérique moyenne du T6 avec solution partielle est de $4241.4 \mu\text{m}^{-3}$, avec env. 105.5 nm comme la longueur moyenne des précipités β'' , tandis que la densité numérique pour T6 en solution complète est de $13202.2 \mu\text{m}^{-3}$, avec env. 88.9 nm comme longueur moyenne des précipités β'' . Par conséquent, il faut moins de temps et plus facilement en T6-p pour que le β'' transfère le plus grand β' , conduisant à une énergie d'activation plus faible dans le T6-p que dans le T6-f.

5.2.3 β dans les trempes T7

L'évolution de l'énergie d'activation de β est montrée sur la figure 5-6 qu'elle varie de 78.95 à 104.73 kJ/mol dans le T7 en solution partielle et de 78.03 à 101.21 kJ/mol en T7 en solution complète. Pendant ce temps, il est légèrement plus élevé en T7-p qu'en T7-f à un rapport de transformation fixe. Par exemple, il est de 94.02 kJ/mol pour T7-p tandis que 88.99 kJ/mol pour T7-f au rapport de transformation de 0.5, ce qui peut s'expliquer par les comportements de précipitation indiqués dans les observations MET de la figure 5-7, pour lesquelles ils peuvent fournir plus de preuves sur la relation entre l'énergie d'activation, la microstructure et la macro performance., dont les valeurs sont très proches les unes des autres.

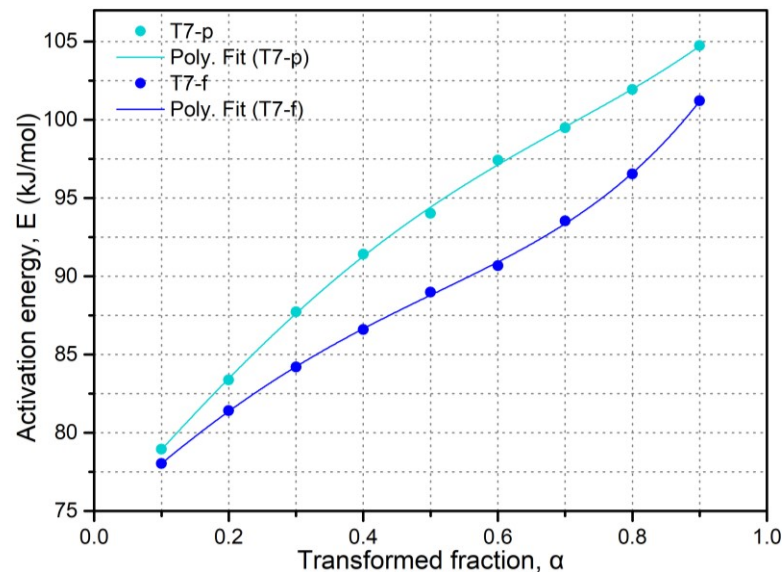


Figure 5-6 Les évolutions des énergies d'activation en fractions transformées pour les trempes T7 en solution partielle et complète d'alliages AlSi10Mg0.3Mn. Les valeurs de r^2 pour l'ajustement polynomial sont d'env. 0.99.

Comme le montre la figure 5-7, la taille des précipités dans T7-p (figure 5-7a) est similaire à celle de T7-f (figure 5-7b) tandis que le volume est légèrement inférieur.

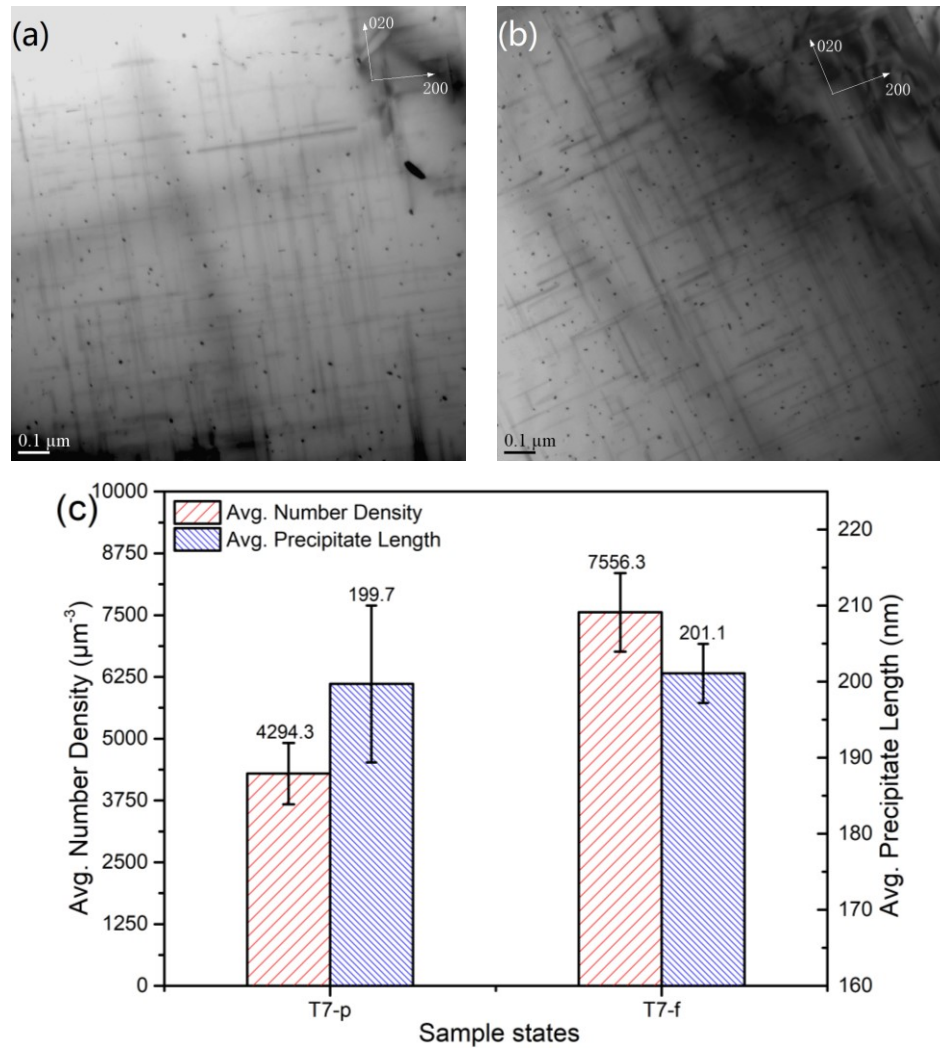


Figure 5-7 Images MET en champ clair de T7 avec solution partielle (a), solution complète (b) et statistiques quantitatives des précipités (c).

Il est calculé sur la figure 5-7c que la densité en nombre moyenne des précipités β' dans le T7-p est d'environ $4294.3 \mu\text{m}^{-3}$, avec 199.7 nm comme longueur moyenne, tandis que la densité numérique du T7-f est de $7556.3 \mu\text{m}^{-3}$ avec une longueur moyenne d'env. 201.1 nm, ce qui peut être attribué à la solubilité sursaturée inférieure pendant la solution partielle par rapport au traitement en solution complète. Par la suite, les échantillons sont traités avec l'analyse DSC, au cours de laquelle le

processus de formation et de croissance de β' à β dans T7-p nécessite quelques atomes de plus pour diffuser dans une plage assez longue en raison de l'espace interparticulaire légèrement plus élevé entre β' comparant à T7-f. Par conséquent, l'énergie d'activation de T7-p est légèrement supérieure à celle de T7-f.

5.3 Sommaire

L'étude calorimétrique sur l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn est réalisée sous différentes trempes sur la base d'une analyse DSC. Sur la base des résultats et de la discussion, les conclusions suivantes peuvent être tirées:

- 1) Le paramètre cinétique de précipitation, c'est-à-dire l'énergie d'activation, augmente avec l'augmentation de la fraction transformée pour toutes les trempes. Parmi les trempes F et SHT, la trempe F a l'énergie d'activation la plus faible et la trempe 500SHT la plus élevée. Pour les trempes de vieillissement de pic, le T6-p a l'énergie d'activation la plus faible et la trempe T5 a la plus élevée. Pour les sur trempes survieillissantes, l'énergie d'activation de la trempe T7-f est inférieure à celle de la trempe T7-p.
- 2) En calculant l'énergie d'activation de la première précipitation sur les courbes DSC dans chaque trempe, la variation de la cinétique de précipitation de β'' , β' et β dans certaines trempes peut être affectée par les précipités précurseurs correspondants.

- 3) Les observations de microstructure par MET avec une analyse quantitative aident à expliquer diverse cinétique de précipitation entre différentes trempes dans un alliage AlSi10Mg0.3Mn. La densité numérique moyenne de précipités pour les trempes de vieillissement traitées en solution partielle est toujours inférieure à celle des revenus de vieillissement traitées en solution complète, tandis que les tendances pour la longueur moyenne des précipités sont contraires.

Références

- [1] Mittemeijer, E. J., Analysis of the kinetics of phase transformations. *Journal of Materials Science*, 1992. 27(15): p. 3977-3987.
- [2] Gaber, A., et al., Precipitation kinetics of Al–1.12 Mg2Si–0.35 Si and Al–1.07 Mg2Si–0.33 Cu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2007. 429(1): p. 167-175.
- [3] Bryant, J. D., The effects of preaging treatments on aging kinetics and mechanical properties in AA6111 aluminum autobody sheet. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1999. 30(8): p. 1999-2006.
- [4] Vissers, R., et al., The crystal structure of the β' phase in Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 2007. 55(11): p. 3815-3823.
- [5] Yanagihara, E., et al., Precipitation Structure of Al–10 mass%Si–0.3 mass%Mg Alloy Produced by High Pressure Die Casting and Permanent Mold Casting with T5 Treatment. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 2015. 56(7): p. 1112-1119.

CHAPITRE 6 CONCLUSIONS

Dans la présente œuvre, le comportement DSC sous diverses trempes dans trois alliages d'aluminium courants, à savoir l'alliage HPVDC AlSi10Mg0,3Mn, l'alliage PM 319 et l'alliage extrudé 6082 a été étudié. Pendant ce temps, la cinétique de précipitation de l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn sélectionné sous diverses trempes est étudiée. L'évolution de l'énergie d'activation de divers précipités sous différentes trempes est calculée. Sur la base de tous les résultats et discussions, les principales conclusions peuvent être tirées comme suit:

1. Toutes les trempes de l'alliage HPVDC AlSi10Mg0.3Mn, de l'alliage PM coulé 319 et de l'alliage extrudé 6082 ont été caractérisés par l'analyse DSC, fournissant leurs empreintes digitales principalement basées sur les pics des courbes DSC. Le nombre et la hauteur/zones des pics de précipitation ou de dissolution peuvent aider à identifier la trempe individuelle de divers alliages.
2. Des connexions ont été établies entre les caractéristiques des courbes DSC, les microstructures et les propriétés physiques et mécaniques des alliages correspondants dans diverses trempes.

3. Les limites des empreintes digitales DSC sont révélées dans le traitement des pics de vieillissement, qui ont souvent des résultats similaires sur les courbes DSC. Les mesures de conductivité électrique et de micro dureté peuvent servir de moyens complémentaires pour mieux identifier différentes trempes ensemble avec l'analyse DSC.

4. Le paramètre cinétique de précipitation, *i.e.*, l'énergie d'activation, augmente avec l'augmentation de la fraction transformée pour toutes les trempes. Parmi les trempes F et SHT, la trempe F a l'énergie d'activation la plus faible et la trempe 500SHT la plus élevée. Pour les trempes de vieillissement de pic, le T6-p a l'énergie d'activation la plus faible et la trempe T5 a la plus élevée. Pour les trempes survieillissantes, l'énergie d'activation de la trempe T7-f est inférieure à celle de la trempe T7-p.

5. En calculant l'énergie d'activation de la première précipitation sur les courbes DSC dans chaque trempe, la variation dans la cinétique de précipitation de β'' , β' et β dans certaines trempes peut être affectée par les précipités précurseurs correspondants.

6. Les observations de microstructure par MET avec une analyse quantitative aident à expliquer diverse cinétique de précipitation entre différentes trempes dans un alliage AlSi10Mg0.3Mn . La densité numérique moyenne de précipités pour les trempes de vieillissement traitées en solution partielle est toujours inférieure à celle des trempes de vieillissement traitées en solution complète, tandis que les tendances pour la longueur moyenne des précipités sont contraires.

CHAPITRE 7 RECOMMANDATIONS

D'après la présente œuvre, les recommandations suivantes peuvent être faites:

(1) Le DSC a des limites dans la mesure où il ne peut tester que la phase actuelle déjà formée dans l'échantillon en enregistrant la trace thermique pendant sa transformation. Comme le montre la figure 7-1a, il est plus facile de caractériser la transformation lorsqu'il n'y a qu'une seule transformation de phase (α à β). Cependant, il sera difficile de caractériser la transformation lorsqu'il y a plusieurs phases qui se transfèrent à la phase cible, comme α_1/α_2 à β sur la figure 7-1b. Par conséquent, d'autres méthodes doivent être utilisées comme moyen auxiliaire conjointement avec le DSC pour caractériser le comportement de transformation.

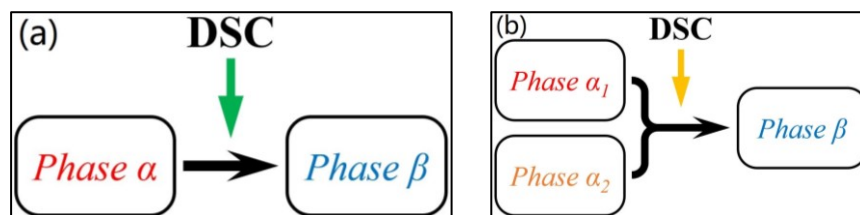


Figure 7-1 Schemas pour expliquer la limitation de la méthode DSC.

(2) Au cours de l'étude sur la trempe T5, c'est-à-dire un vieillissement artificiel direct après la condition fabriquée sans traitement thermique en solution, il a été constaté que les précipitations sous cette trempe sont complexes, ce qui est le facteur clé affectant les propriétés du matériau. En attendant, peu de littérature ouverte peut être trouvée sur ce sujet. Par conséquent, une étude plus systématique sur T5 est suggérée à l'avenir.

ANNEXE I. FONCTIONS DE RÉACTION COMMUNES

Table 7-1 Expressions sélectionnées pour la fonction de réaction $f(\alpha)$.

Réaction	Code	$f(\alpha)$	$\alpha(t)$
Nucléation aléatoire: loi de désintégration unimoléculaire, 1er ordre	F1*	$1 - \alpha$	$1 - e^{-kt}$
Réaction contrôlée par limite de phase, 1er ordre	R1	1	kt
Réaction contrôlée par limite de phase, 2e ordre, cylindre contractant	R2	$(1 - \alpha)^{1/2}$	$1 - (1 - kt)^2$
Réaction contrôlée par limite de phase, 3e ordre, sphère contractante	R3	$(1 - \alpha)^{2/3}$	$1 - (1 - kt)^3$
Croissance linéaire JMAK en 1D après saturation de la nucléation, $n=1$	A1*	$1 - \alpha$	$1 - e^{-kt}$
Croissance linéaire JMAK en 2D après saturation de la nucléation, $n=2$	A2	$2[-\ln(1 - \alpha)]^{1/2}(1 - \alpha)$	$1 - e^{-(kt)^2}$
Croissance linéaire JMAK en 3D après saturation de la nucléation, $n=3$	A3	$3[-\ln(1 - \alpha)]^{2/3}(1 - \alpha)$	$1 - e^{-(kt)^3}$
JMAK généralisé	AGn	$n[-\ln(1 - \alpha)]^{(n-1)/n}(1 - \alpha)$	$1 - e^{-(kt)^n}$

*Notez que F1 et A1 sont mathématiquement identiques.

ANNEXE II. DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

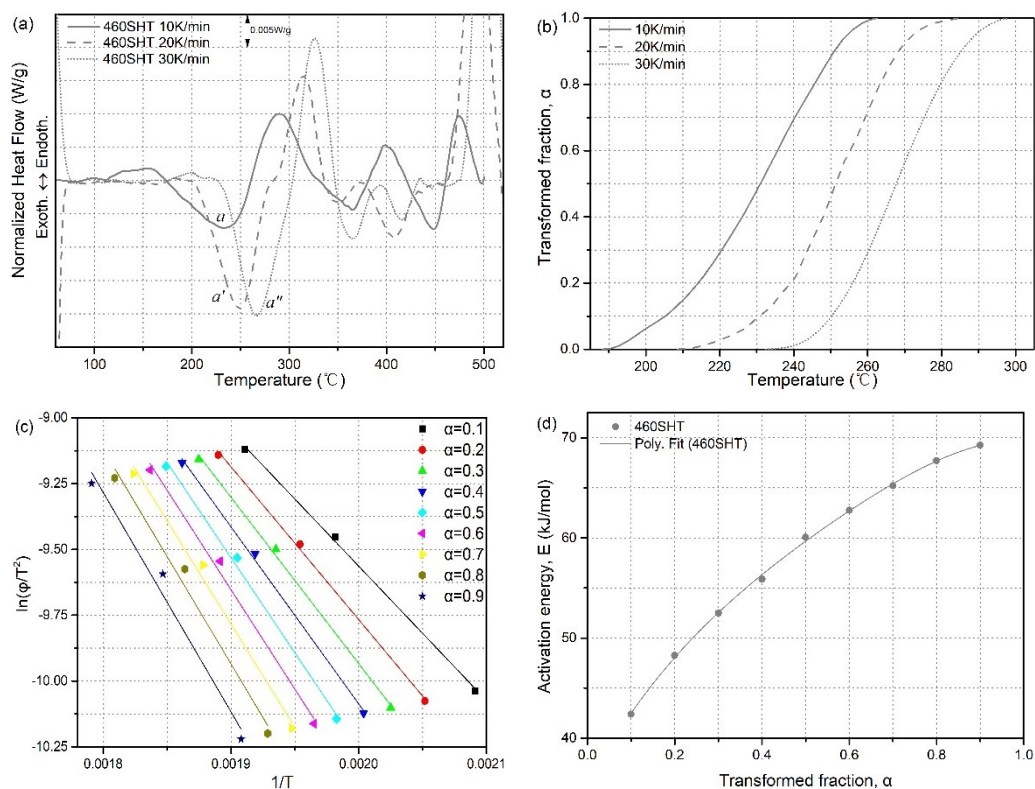


Figure 7-2 Traitement en solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β'' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

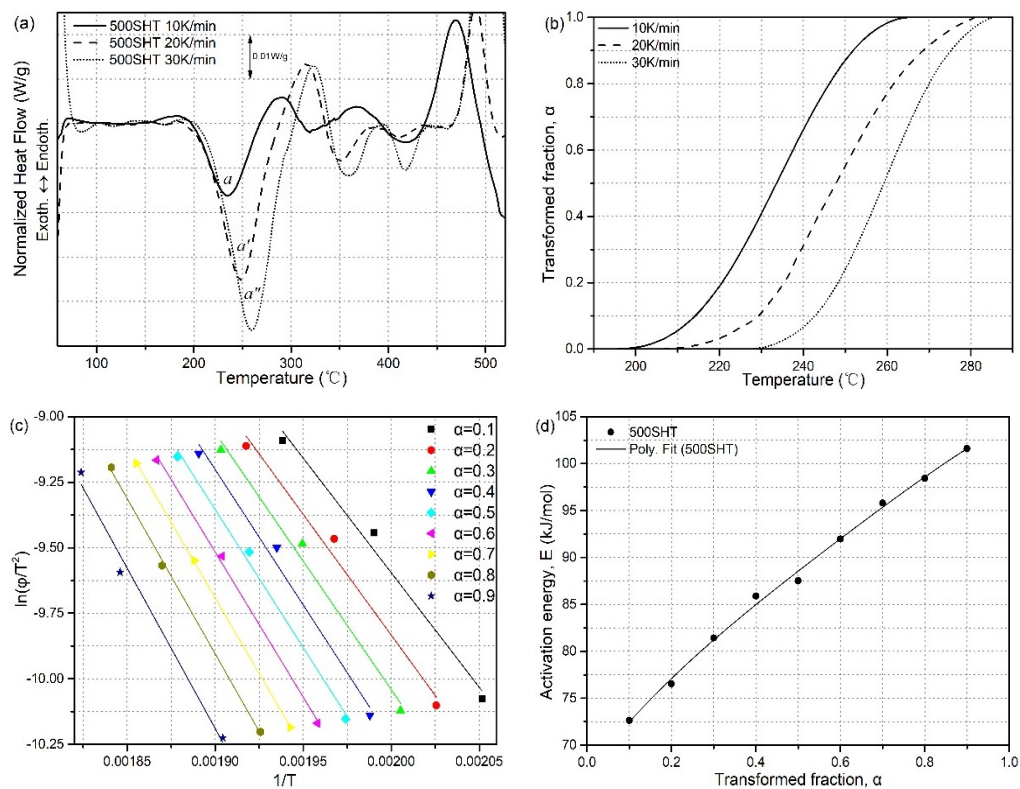


Figure 7-3 Traitement en solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β'' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

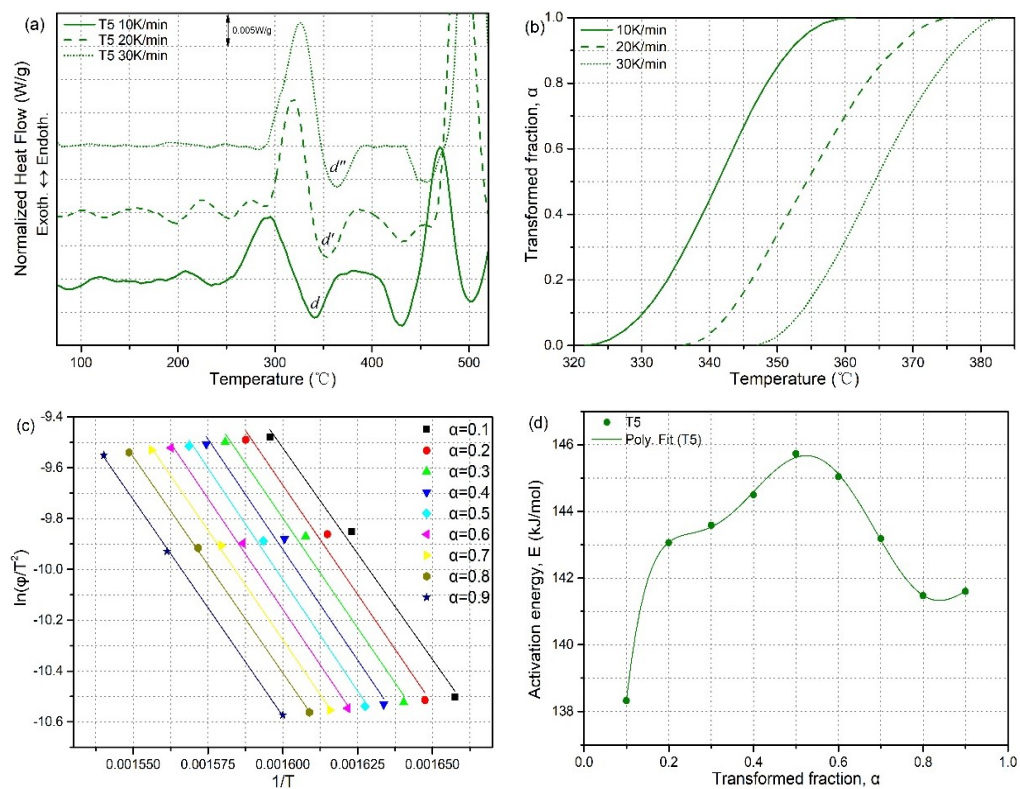


Figure 7-4 Trempe T5. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

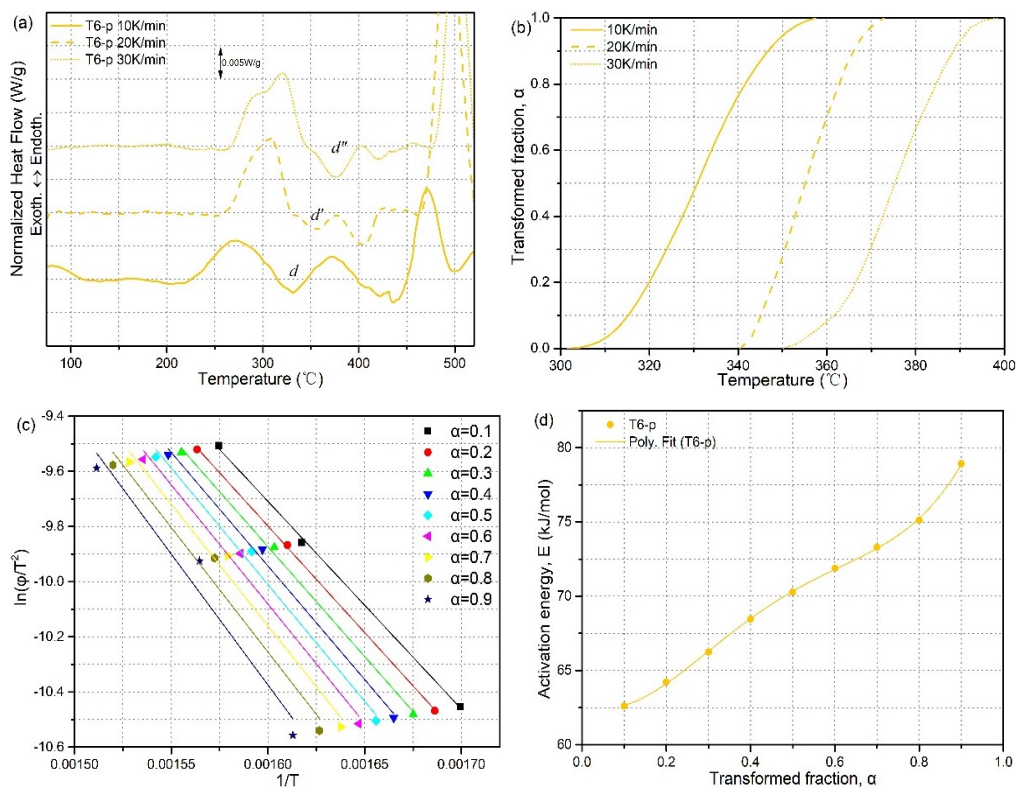


Figure 7-5 Trempe T6 avec solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

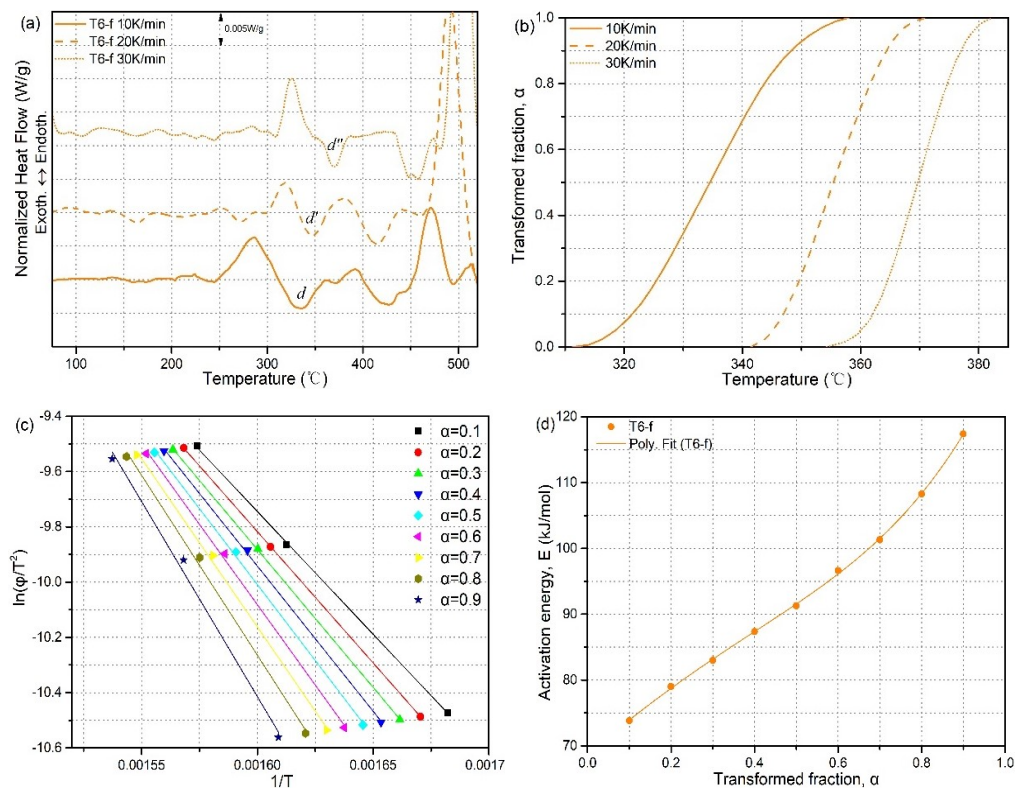


Figure 7-6 Trempe T6 avec solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β' , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

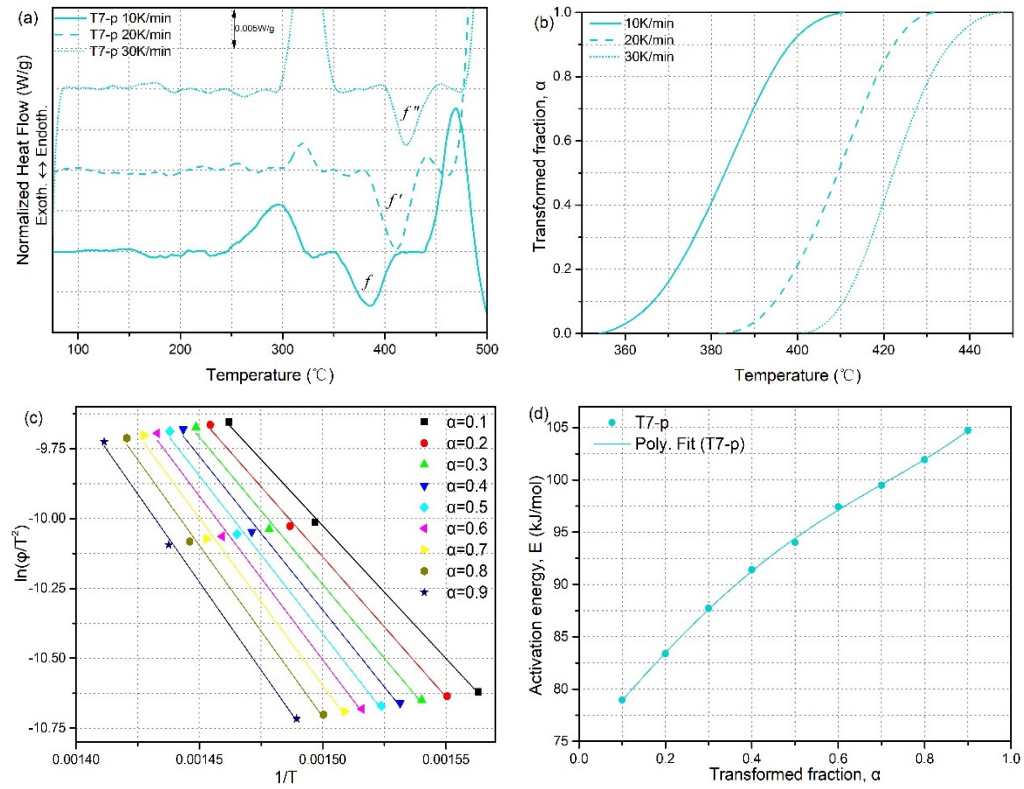


Figure 7-7 Trempe T7 avec solution partielle. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.

DÉTERMINATION DE L'ÉNERGIE D'ACTIVATION

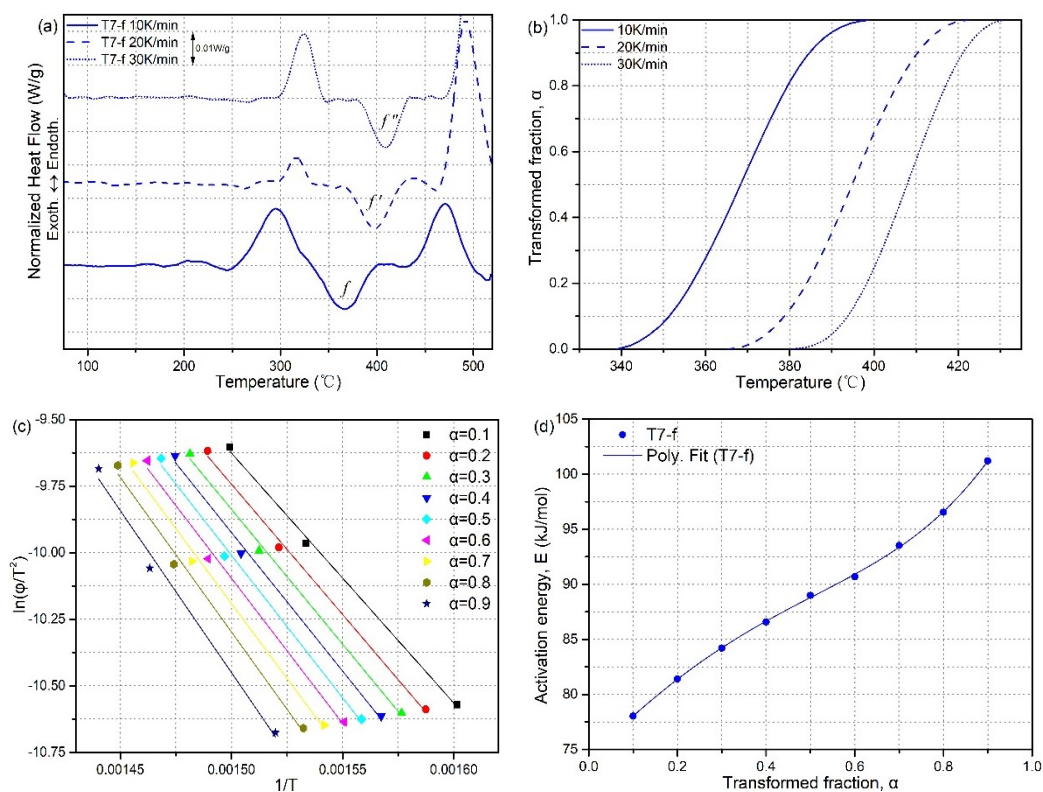


Figure 7-8 Trempe T7 avec solution complète. (a) Courbes DSC de différentes vitesses de chauffage, (b) Courbes en forme de S pour le pic β , (c) détermination de l'énergie d'activation, (d) évolution de l'énergie d'activation en fraction de transformation.